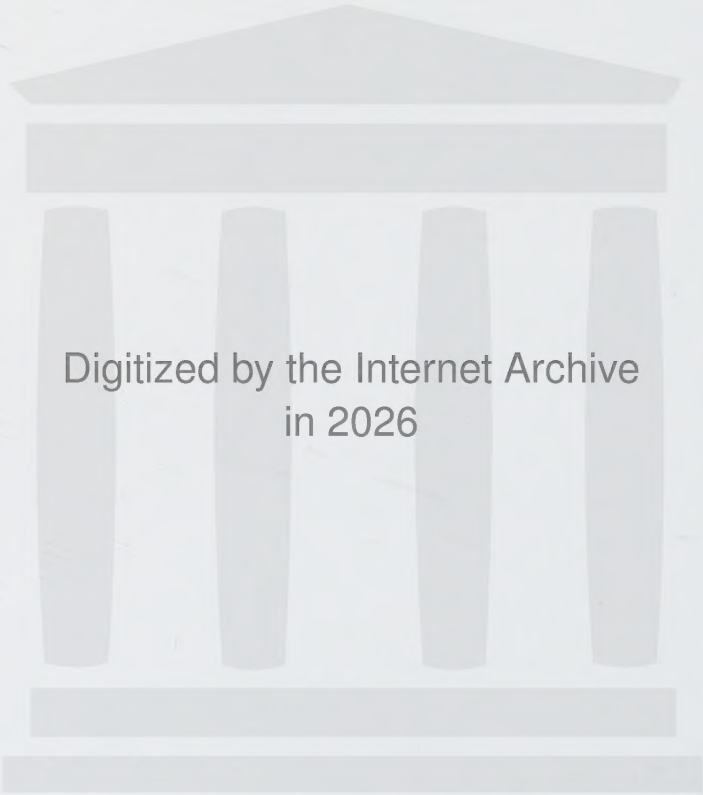
Aus der
Prothetischen Abteilung
(Direktor: Prof. Dr. H. Böttger)
der Universitäts-Poliklinik und
Klinik für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten
(Westdeutsche Kieferklinik)
Düsseldorf

ÜBER DEN EINFLUSS VON METALLZUSÄTZEN ZUM QUECKSILBER AUF DIE PHYSIKALISCHEN EIGENSCHAFTEN DER DARAUS HERGESTELLTEN AMALGAME

Dissertation
zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnmedizin

Der Medizinischen Fakultät der Universität Düsseldorf
vorgelegt von
KARIN POHL
~~1982~~
1983


Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41543926_0006

Aus der
Prothetischen Abteilung
(Direktor: Prof. Dr. H. Böttger)
der Universitäts-Poliklinik und
Klinik für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten
(Westdeutsche Kieferklinik)
Düsseldorf

ÜBER DEN EINFLUSS VON METALLZUSÄTZEN ZUM QUECKSILBER AUF DIE PHYSIKALISCHEN EIGENSCHAFTEN DER DARAUS HERGESTELLTEN AMALGAME

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnmedizin

Der Medizinischen Fakultät der Universität Düsseldorf

vorgelegt von

Karin Pohl

1982

Gedruckt mit Genehmigung der

Medizinischen Fakultät

der

Universität Düsseldorf

Der Dekan
der Medizinischen Fakultät
der Universität Düsseldorf
gez.: Prof. Dr. H. Brüster

Referent:
gez.: Prof. Dr. H.J. Rehberg
Korreferent:
gez.: Prof. Dr. F. Schübel

Meinen Eltern

INHALTSVERZEICHNIS

1. Einleitung 3

2. Metall-Lösungen 7

2.1. Auswahl der Lösungen 7

2.2. Herstellung der Lösungen 9

3. Experimentelle Voraussetzungen 13

3.1. Material für die Amalgamherstellung 13

3.2. Herstellung der Prüfkörper 13

4. Untersuchungsmethoden 20

4.1. Messung der Druckfestigkeit 20

4.2. Messung des Creep-Wertes 22

4.3. Messung des Dimensionsverhaltens 25

4.4. Messung des Quecksilberverlustes und Bestimmung des Hg-Gehaltes 27

4.5. Auswertung 28

5. Vorversuche 30

5.1. Portionierung 30

5.2. Anmischtechnik 33

6. Versuchsreihen 40

6.1. Vergleichstestreihe zur Prüfung des Kennwertes "Druckfestigkeit" 40

6.1.1. Beschreibung der Meßreihen 40
6.1.2. Diskussion der Meßergebnisse 43

6.2. Vergleichstestreihe zur Prüfung des Kennwertes "Creep" 49

6.2.1. Beschreibung der Meßreihen 49
6.2.2. Diskussion der Meßergebnisse 51

6.3. Vergleichstestreihe zur Prüfung des Kennwertes "Dimensionsverhalten" 54

6.3.1. Beschreibung der Meßreihen 54
6.3.2. Diskussion der Meßergebnisse 56

6.4. Vergleichstestreihe zur Prüfung des Hg-Verlustes und des Hg-Gehaltes nach der Kondensation 60

6.4.1. Beschreibung der Meßreihen 60
6.4.2. Diskussion der Meßergebnisse 63

7. Diskussion 69

7.1. Beurteilung des Zink-Zusatzes 70

7.2. Beurteilung des Zinn-Zusatzes 71

7.3. Beurteilung des Indium-Zusatzes 72

7.4. Beurteilung des Wismut-Zusatzes 74

8. Zusammenfassung 75

9. Literaturverzeichnis 77

10. Anhang: Meßwerte 84

1. EINLEITUNG

In Quecksilber, dem einzigen bei Zimmertemperatur flüssigen Metall, lösen sich viele Metalle unter Bildung von Legierungen, die in diesem Fall "Amalgame" genannt werden. Bei größeren Metallanteilen sind sie fest, bei kleineren flüssig. Wie alle Amalgame ist das Silberamalgam im frisch angemischten Zustand plastisch, wird aber nach einer gewissen Zeit von selbst fest. Daher leitet sich auch der Name "Amalgam" her: "amalos" = weich, "gamos" = Vereinigung, Hochzeit /17/. In der Zahnheilkunde spielen insbesondere Silberamalgame auch heute noch die führende Rolle als Füllungsmaterial. Ungefähr 75% aller Füllungen, die in der Welt gelegt werden, sind Amalgamfüllungen. Im Vergleich zu anderen permanenten Füllungsmaterialien wie Gußgold, kohäsivem Gold und Porzellan ist es einfach, schnell und kostengünstig zu verarbeiten. Composites, die oft als Nachfolger des Silberamalgams vorgestellt werden, konnten das Amalgam aus seiner führenden Position bisher wegen unzureichender Materialeigenschaften nicht verdrängen.

Der Zahnarzt stellt das Amalgam stets durch Zusammenmischen von Legierungspulver und Quecksilber im Verhältnis 1:1 her. Die Hauptbestandteile des Pulvers sind Silber (minimal 65 %) und Zinn (maximal 29 %). Hinzu kommen noch kleinere Mengen von Kupfer, Zink und Quecksilber. Vielfach wird heute das Pulver (Fei-

lung) "Amalgampulver" oder einfach "Amalgam" genannt, obwohl diese Bezeichnung nicht korrekt ist. Metallographisch richtig ist die Benennung des Pulvers als "Legierung für Amalgame" (engl.: Alloy).

Mindest- und Höchstwerte für die Materialeigenschaften, Zusammensetzung der Feilung sowie weitere im Zusammenhang mit der Amalgamherstellung wichtige Anforderungen sind in der DIN 13904 festgelegt /8/. Die DIN 13905 /9/ befaßt sich mit dem zur Amalgamherstellung benötigten Quecksilber. Besonderer Wert wird danach auf den Reinheitsgrad des Quecksilbers gelegt. Die DIN 13905 verlangt, daß das in der Zahnheilkunde verwendete Quecksilber eine "glänzende, spiegelglatte Oberfläche, ohne jeglichen Film oder Schaum aufweisen" und "sich insbesondere aus einem vollkommen sauberen Glasbehälter leicht gießen lassen" /9/ soll. Der nichtflüchtige Destillationsrückstand des Quecksilbers darf maximal 0,02 % betragen. Genauere Untersuchungen verschiedener Dental-Quecksilbersorten zeigten, daß der Anteil an Fremdmetallen im Quecksilber bei etwa 2 ppm liegt /4/.

Es kann nun die Frage gestellt werden, ob diese hohen Anforderungen an den Reinheitsgrad des Quecksilbers überhaupt notwendig sind. Verschlechtern Metallverunreinigungen die Eigenschaften des Amalgams, oder können sogar durch gezielte Metallzusätze bessere Amalgame hergestellt werden.

Um dieser Frage nachzugehen, wurde in der vorliegenden Untersuchung das Quecksilber vor dem Anmischen mit dem Alloy-Pulver durch ausgewählte Metalle voramalgamiert. Zu diesem Zweck wurden in Quecksilber Metalle in solchen Anteilen gelöst, daß die gewonnene Legierung bei Zimmertemperatur noch flüssig bleibt. Um Mißverständnisse in der Nomenklatur zu vermeiden, wird künftig die Legierung, die vor der dentalen Amalgamierung durch "Verunreinigung" des Quecksilbers mit ausgesuchten Metallen hergestellt wird, "Lösung" genannt. Ein Präfix bezeichnet den Metallzusatz. Weiterhin soll künftig die mit der Lösung gemischte Feilung als "Lösungsamalgam" bezeichnet werden. Unter "Standardamalgam" soll im folgenden ein konventionell angemischtes (ohne Zusatz von Metall zum Quecksilber!) Amalgam verstanden werden.

Ziel dieser Untersuchung ist es, den Einfluß der Fremdmetallzusätze auf die wichtigen Materialeigenschaften des Amalgams:

- Creep
- Druckfestigkeit
- Dimensionsverhalten

zu ermitteln, um damit eine Antwort auf die Frage zu geben, ob die in der DIN 13905 gestellten hohen Forderungen an den Reinheitsgrad des Quecksilbers gerechtfertigt sind.

Wesentlichen Einfluß auf diese drei zur Normprüfung gehörenden Materialeigenschaften hat der Quecksilbergehalt der frisch triturierten und gestopften Amalgame /21/. Aus diesem Grunde wurde in begleitenden Untersuchungen der Quecksilbergehalt gleichartig hergestellter Prüfkörper über den Hg-Verlust nach der Kondensation bestimmt.

Da in der zahnärztlichen Praxis vorwiegend die beiden Mischer DENTOMAT und SILAMAT eingesetzt werden, erschien es vorteilhaft, die Untersuchungen mit beiden Mischern durchzuführen.

JÖRGENSEN /21/ konnte feststellen, daß der Stopfdruck einen großen Einfluß auf die Materialeigenschaften eines Amalgams hat. Dieser Einfluß resultiert aus der Abnahme des Quecksilbergehaltes mit steigendem Stopfdruck. Um die Wirksamkeit der Metallzusätze bei verschiedenen Quecksilbergehalten zu untersuchen, wurde auch der Stopfdruck (14 und 28 N/mm^2) variiert.

2. METALL-LÖSUNGEN

2.1. AUSWAHL DER LÖSUNGEN

Den Anfang der vorliegenden Untersuchung bildete die Auswahl der geeigneten Quecksilber-Lösungen. Dazu wurden zunächst alle bekannten Lösungen anhand von Literaturstudien herausgesucht (/1/,/5/,/11/,/14/,/34/,/38/, /37/). Dann erfolgte eine Selektion nach den folgenden Kriterien, deren Reihenfolge keine Bewertung darstellt:

1.) Löslichkeitsgrad bei Zimmertemperatur
2.) technische Realisierbarkeit
3.) zu erwartende biologische Verträglichkeit

ad 1.) Da die Löslichkeit von Metallen in Quecksilber bei Zimmertemperatur für viele der möglichen Lösungen nur äußerst gering ist, wurden nur solche Metall-Lösungen untersucht, bei denen der Löslichkeitsgrad des Metalls einen merklichen Einfluß auf die Amalgameigenschaften erwarten ließ. Wesentlich ist, daß bei einem hohen Löslichkeitsgrad die Metall-Lösung flüssig bleibt. Diese Forderung muß aufgestellt werden, damit eine verarbeitbare Anmischkonsistenz mit dem Pulver erreicht werden kann.

ad 2.) Zur Auswahl kommen nur solche Hg-Lösungen, die durch Einrühren des Legierungsmetalls oder auf elektro-

lytischem Wege herzustellen sind und bei Zimmertemperatur flüssig bleiben.

ad 3.) Toxische Hg-Lösungen, d.h. solche, die über die Toxizität des Quecksilbers hinaus durch die gelösten Metalle weitere pathologische Wirkungen zeigen könnten, und solche, die sich aus radioaktiven Elementen zusammensetzen, wurden aus medizinischen Gründen nicht weiter geprüft.

Die folgenden fünf Metalle, gelöst im Quecksilber, erfüllen diese Kriterien und wurden deshalb zu weiteren Untersuchungen herangezogen:

- Wismut
  (Löslichkeit: 1,4 Gew.% Bi bei 18°C /31/)
- Zink
  (Löslichkeit: 1,99 Gew.% Zn bei 19,9°C /6/)
- Zinn
  (Löslichkeit: 0,6 Gew.% Sn bei 18°C /12/)
- Strontium
  (Löslichkeit: 1,04 Gew.% Sr bei 20°C /24/)
- Indium
  (Löslichkeit: 1,26 Gew.% In bei 25°C /29/)

Die Angaben in der obigen Aufstellung beziehen sich auf die maximale Löslichkeit, bei der alle Lösungen noch flüssig bleiben.

2.2. HERSTELLUNG DER LÖSUNGEN

Bis auf die Strontiumlösung ließen sich alle Lösungen durch Einrühren des entsprechenden Metalls in Quecksilber darstellen. Alle Hg-Proben wurden mit 0,5 Gew.% des jeweiligen Metalls versetzt. Dieser zunächst sehr willkürlich erscheinende Wert liegt im Bereich ähnlicher Versuche anderer Autoren /32/.

Alle ausgewählten Elemente weisen an ihrer Oberfläche eine Oxidhaut auf und konnten so nicht amalgamiert werden. Deshalb wurden nur Granalien oder Blöckchen verwendet - kein Pulver -, um deren Oberfläche möglichst klein zu halten. Die jeweilige Lösung wurde mit Salzsäure (1N) überschichtet, um die Amalgamierung zu aktivieren. Da diese mit unedlen Metallen versetzten Quecksilberproben sehr sauerstoffempfindlich sind /4/, wurden sie von einem inerten Gas (Stickstoff) überströmt. Auch nach Abschluß des Herstellungsprozesses wurden die gewaschenen Lösungen in Kunstoffbehältern aufbewahrt und mit Wasser überschichtet, um eine Oxidation durch den Luftsauerstoff zu verhindern.

Die Befürchtung, die zugesetzte Salzsäure (1N) könnte zur Salzbildung mit dem jeweiligen Element führen, bestätigte sich nicht, wie aus Rücktitrationen der vorgelegten Menge an Salzsäure mit Natronlauge bestimmt werden konnte. Offensichtlich sind die Lösungen gegenüber

Salzsäure so stabil, daß sich keine Metallchloride bilden konnten. Auch Quecksilber selbst war gegenüber HCl beständig.

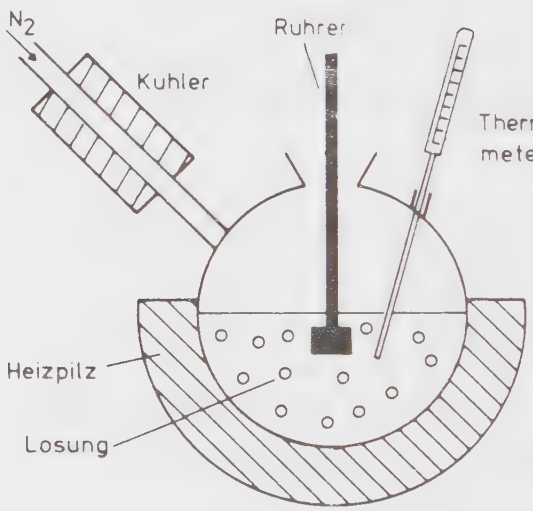


Abb 1. Versuchsaufbau zur Herstellung der Lösungen

Die Lösung von Indium in Quecksilber konnte ohne Salzsäurezusatz erfolgen, da In weitgehendst oxidfrei ist und sich in Hg sofort löst.

Besonderen Aufwand erforderte die Darstellung der Strontiumlösung durch Elektrolyse einer gesättigten $SrCl_2$-

Lösung. Der zugehörige Versuchsaufbau ist in Abb. 2 dargestellt. Als Kathode diente das zur Herstellung der Lösung notwendige Quecksilber selbst. Um eine genügende Ausbeute an Lösung zu erhalten, mußte der Elektrolyt etwa alle halbe Stunde erneuert werden. Die so gewonnene Sr-Lösung ließ sich auf ihren Strontiumgehalt untersuchen, indem man sie mit Salzsäure versetzte. Es bildet sich:

$$2HCl + Sr \longrightarrow SrCl_2 + H_2$$

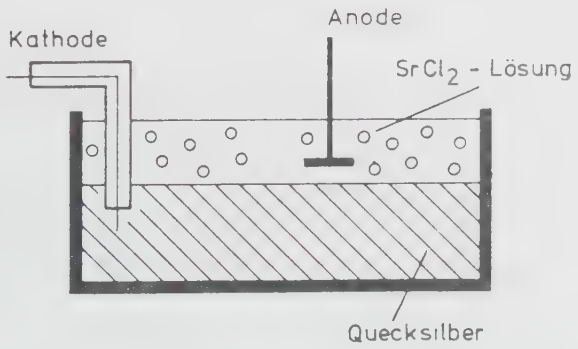


Abb.2: Darstellung der Strontiumlösung

Der Verbrauch der zuvor bestimmten Menge Salzsäure ließ sich mit Natronlauge zurücktitrieren, und somit der Strontiumanteil in der Sr-Lösung berechnen. Auch diese Lösung wurde in Plastikbehältern aufbewahrt. Die Sr-Lösung zeigte eine sehr starke Tendenz, an Glas und Kunststoffen zu haften, was ihre Handhabung deutlich erschwerte. Das bedeutet, daß die Oberflächenspannung des Quecksilbers stark herabgesetzt wird. Obwohl die Herstellung und Handhabung nicht einfach ist, wurde zunächst versucht, die Sr-Lösung einzusetzen, da u.U. diese geringe Oberflächenspannung sich vorteilhaft auf die Adaptierbarkeit an die Kavitätenwände auswirken könnte.

3. EXPERIMENTELLE VORAUSSETZUNGEN

3.1. MATERIAL FÜR DIE AMALGAMHERSTELLUNG

Zur Herstellung der Lösungsamalgame wurden die Metall-Lösungen mit einem konventionellen Legierungspulver vermischt:

LUMICON - Silberamalgam*
Partie-Nr. 10555G; 10556G

3.2. HERSTELLUNG DER PRÜFKÖRPER

Die Prüfkörper wurden entsprechend der DIN 13904 /8/ hergestellt. Wichtig ist zu erwähnen, daß nur solche Testkörper untereinander vergleichbar sind, die mit gleichem Gerät, gleicher Triturationszeit und -frequenz sowie gleichem Stopfdruck hergestellt wurden. Besonders auf den Creep-Wert haben Anmischzeit und -frequenz einen erheblichen Einfluß, wie REHBERG /33/ und OSBORN /28/ nachweisen konnten.

* Hersteller: BAYER AG

Die Trituration erfolgte mit den beiden in der zahnmedizinischen Praxis am häufigsten gebrauchten Mischern:

- DENTOMAT (Hersteller: DEGUSSA; 2700 rpm)
- SILAMAT (Hersteller: VIVADENT; 4400 rpm)

Bei diesen Geräten werden Legierungspulver und Quecksilber entweder in einem aufschraubbaren Mischbehälter (= Kapsel) automatisch aus Vorratsgefäßen dosiert (DENTOMAT) oder eine bereits vordosierte "Einmal-Kapsel" (SILAMAT) eingespannt. Durch einen Elektromotor erfolgt der Triturationsvorgang, welcher sowohl von der Frequenz des Gerätes als auch von der Amplitude, mit der sich die Mischkapsel hin- und herbewegt, beeinflußt

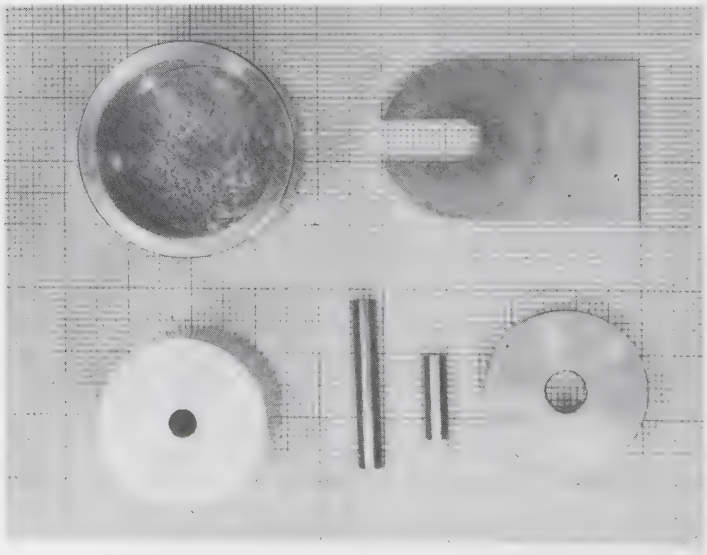


Abb. 3: Stopfform zur Herstellung der Prüfkörper

wird. Für die später beschriebenen Versuche wurden Feilung und Hg-Lösung in die Schraubkapsel des leeren DENTOMAT eingewogen und dann aufgeschraubt.

Zum eigentlichen Stopfen wird das angemischte Amalgam ohne Kraftaufwand mit Hilfe eines Amalgamstopfers, dessen Durchmesser 4 mm beträgt, in die Stopfform eingebracht. Die Kondensation selbst wird maschinell vorgenommen, um eine Standardisierung zu gewährleisten. Das Gerät ist in Abb. 4 dargestellt. Eine automatische Intervallschaltung steuert den zeitlichen Verlauf des Stopfens. Die Druckübertragung wird mittels Preßluft geregelt und über ein Manometer angezeigt.

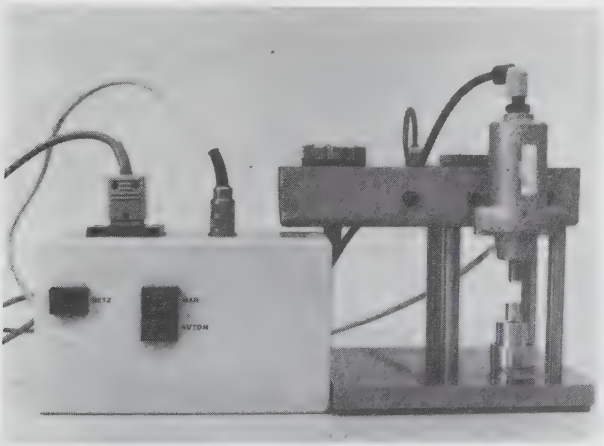


Abb. 4 : Kondensationsgerät

Der Stopfvorgang gliederte sich wie folgt: Nach der Trituration einer eingewogenen Menge Quecksilbers und Alloy in den Geräten DENTOMAT bzw. SILAMAT wurden 30 Sekunden nach Ende des Anmischens für das Einbringen des Amalgams in die Stopfform benötigt. Danach wurde das Amalgam in der Stopfform kondensiert, indem 15 Sekunden lang ein Druck von 14 (bzw. 28) N/mm² über den Stempel 2 auf den Probekörper einwirkte. Die Kondensation wurde für 5 Sekunden unterbrochen, um den Platzhalter 2 zu entfernen. Dann wurde noch einmal mit einem Druck von 14 (bzw. 28) N/mm² für 40 Sekunden gestopft. Nach Abschluß der Kondensation vergingen noch 30 Sekunden, um das abgepreßte Quecksilber zu entfernen und den Prüfkörper aus der Form zu lösen. Somit

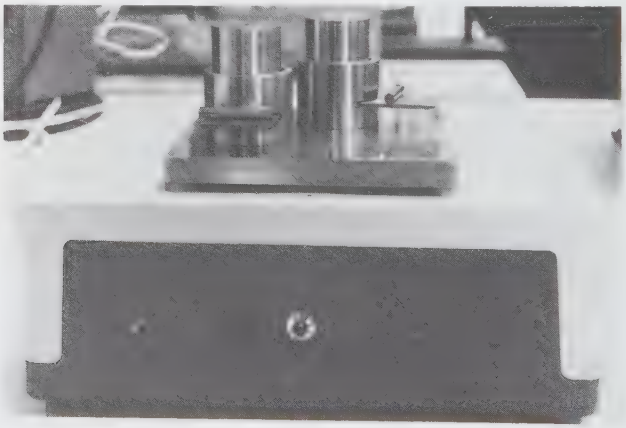


Abb. 5. Heizplatte mit Stopfformen

sind vom Ende der Trituration bis zum Einbringen des Körpers in den Wärmeschrank 120 Sekunden vergangen. Die Stopfform wurde mit Hilfe einer Heizplatte ständig auf einer Temperatur von (37 ± 1)°C gehalten (Abb. 5).

Die zu untersuchenden Amalgamprüfkörper wurden nicht nur mit 14 N/mm² kondensiert, wie es die DIN 13904 fordert, sondern auch mit doppeltem Stopfdruck, da JÖRGENSEN /22/ feststellen konnte, daß gerade der Stopfdruck einen wesentlichen Einfluß auf den Quecksilbergehalt

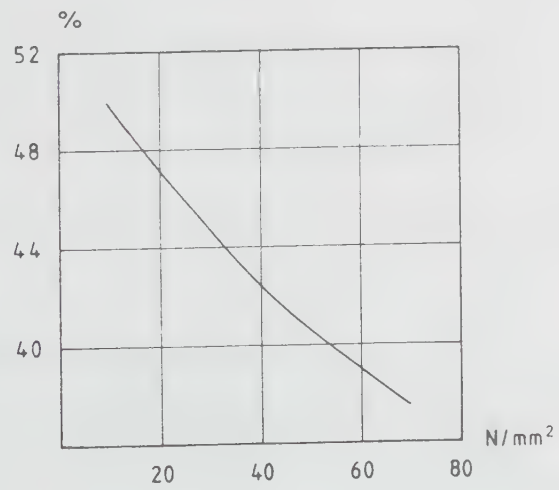


Abb. 6: Einfluß des Stopfdruckes auf den Quecksilbergehalt /22/

besitzt und somit sich indirekt auf die Materialeigenschaften eines Amalgams auswirkt. Seine Ergebnisse sind in Abb. 6 dargestellt.

Zusammenfassend erfolgte die Herstellung des Probekörpers entsprechend folgendem Zeitplan (DIN 13904):

- Ende des Mischens (Trituration)	00 s
- Einbringen in die Form und Belastung mit 14 bzw. 28 N/mm²	30 s
- Entlastung und Entfernung des unteren Platzhalters	45 s
- erneute Belastung	50 s
- Entlastung	90 s
- Wegbürsten des abgepreßten Hg und Ausdrücken des Probekörpers mit dem Stempel	120 s

Anschließend wurden die Prüfkörper bei (37 ± 1)°C bis zur jeweiligen Prüfung gelagert.

Alle Angaben mußten genauestens eingehalten werden, um die Herstellung untereinander vergleichbarer Prüfkörper zu garantieren. Eine Übersicht des Arbeitsfeld zeigt Abb. 7.

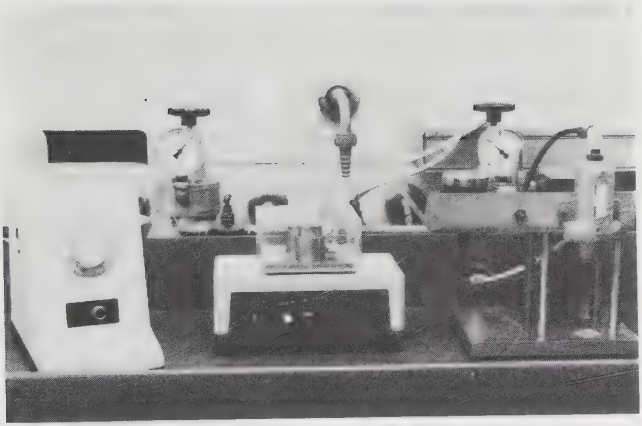


Abb. 7 : Gesamtübersicht des Arbeitsfeldes

4. UNTERSUCHUNGSMETHODEN

4.1. MESSUNG DER DRUCKFESTIGKEIT

Die Druckfestigkeit wurde sowohl 1 Stunde als auch 24 Stunden nach der Trituration gemessen. Zu diesem Zweck stand das in Abb. 8 dargestellte Gerät - ein Eigenbau der BAYER AG - zur Verfügung. Hauptbestandteile des Druckfestigkeitsprüfgerätes sind 2 parallele Stempel, zwischen die der Prüfkörper eingespannt wird. Mit Hilfe eines Motors werden die Stempel wie vorgeschrieben mit einer Geschwindigkeit von 0,5 mm/min aufeinander zubewegt, wodurch eine lineare Zunahme des Druckes am Prüfkörper erzielt wird. Beim Überschreiten der Druckfestigkeitsgrenze wird der Probekörper zerstört und die Mes-

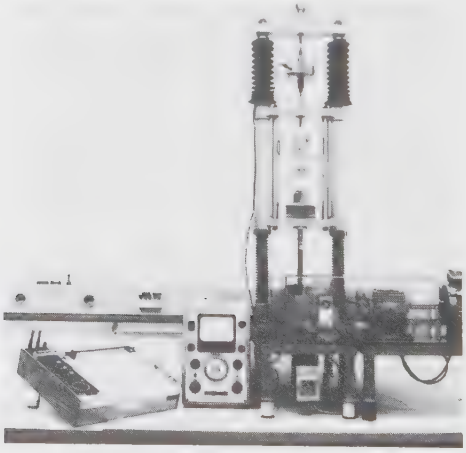


Abb. 8: Druckfestigkeitsprüfgerät

sung ist beendet. Die Registrierung des jeweils wirkenden Druckes erfolgt mittels eines Kompensationsschreibers. Abb. 9 zeigt ein solches Meßdiagramm am Beispiel des In-Amalgams (Anmischgerät: SILAMAT; Kondensationsdruck: 14 N/mm²).

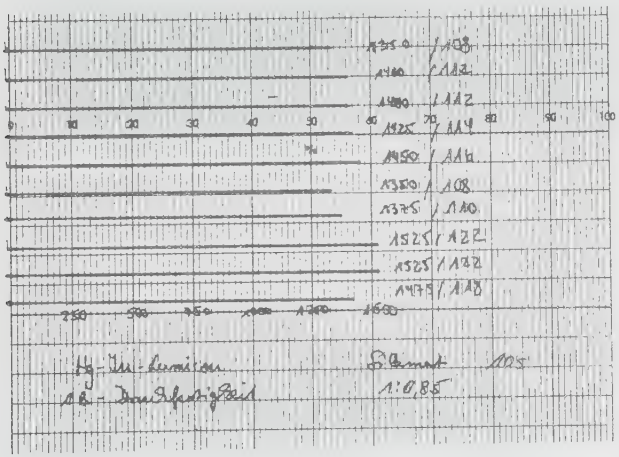


Abb. 9: Meßdiagramm zur Druckfestigkeit (In-Amalgam)

Vor den eigentlichen Versuchen wurden die Probekörper mit Schmirgelpapier 6F an ihren Stirnflächen rechtwinklig zur Längsachse geschliffen, um ein einwandfreies Einsetzen zwischen die Stempel zu ermöglichen.

Laut DIN 13904 /8/ muß die Druckfestigkeit nach 1 Stunde mindestens 50 N/mm² und nach 24 Stunden mindestens 300 N/mm² betragen.

4.2. MESSUNG DES CREEP-WERTES

Zur Bestimmung des Creep-Wertes soll nach der DIN 13904 die Längenverkürzung eines Prüfkörpers unter einem konstanten Axialdruck von 36 N/mm² gemessen werden. Der Testkörper wurde 24 Stunden bei (37 ± 1)°C gelagert. Die Normvorschrift besteht zwar auf einer Lagerungsfrist von 7 Tagen bei (37 ± 1)°C, doch konnten frühere Untersuchungen /30/ zeigen, daß der Einfluß der Lagerungszeit bei dem hier verwendeten LUMICON-Silberamalgam auf die Creep-Messungen von untergeordneter Bedeutung ist. Diese Ergebnisse erlaubten bei vergleichenden Messungen daher eine Bestimmung des Creep-Wertes schon nach 24 Stunden.

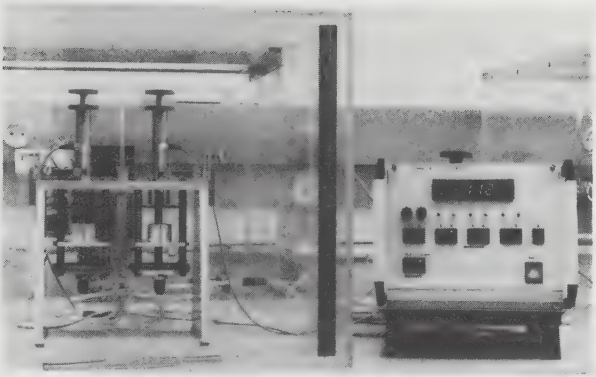


Abb. 10: Creep-Meßgerät

Die eigentlichen Messungen erfolgten mit einem Prüfgerät gemäß Abb. 10 (Eigenbau der BAYER AG). Zur Erzeugung des konstanten Druckes von 36 N/mm² dienten zwei planparallele Stempel, zwischen die die Amalgamkörper eingespannt wurden. Die Längenverkürzung wurde mittels eines elektrischen Meßfühlers registriert und digital angezeigt. Die Meßapparatur befand sich in einem Wärmeschrank, dessen Temperatur (37 ± 0,2)°C über Meßfühler kontrolliert und korrigiert wurde. Ein Ventilator verhinderte durch Luftumwälzung die Bildung von lokalen Wärmestaus.

Vor dem Einsetzen in die Meßapparatur wurden die Prüfkörper an den Stirnflächen mit Schmirgelpapier 6F rechtwinklig zur Achse geschliffen und anschließend deren Länge mit einer digitalen Mikrometerschraube jeweils dreimal vermessen und der Mittelwert als l_o registriert. Die Ablesungen an der Meßapparatur während der Belastungszeit wurden jeweils nach der ersten und vierten Stunden - bezogen auf den Versuchsbeginn - vorgenommen. Die dabei abgelesenen Werte wurden als Länge nach einer Stunde mit l_1 und nach vier Stunden als l_4 bezeichnet. Der Creep-Wert kann dann nach folgender Formel berechnet werden:

$$\text{Creep}(\%) = \frac{l_1 - l_4}{l_o} \times 100$$

Die DIN 13904 beschränkt die Obergrenze des Creep-Wertes auf 3 %.

4.3. MESSUNG DES DIMENSIONSVERHALTENS

Zur Untersuchung der Volumen- und Längenänderung, also des Dimensionsverhaltens, wurden zahlreiche Meßmethoden entwickelt (optisches, induktives und Mikrokator-Verfahren). Die vorliegende Untersuchung nutzt das induktive Verfahren /26/. Abb. 11 stellt die Meßapparatur und das Registriergerät dar. Bei diesem induktiven Meßgerät wird der Prüfkörper auf einen Meßtisch gestellt und durch einen Meßfühler mit nur 0,02 N axial berührt. Der Meßfühler ist mit dem magnetischen Kern einer Spule

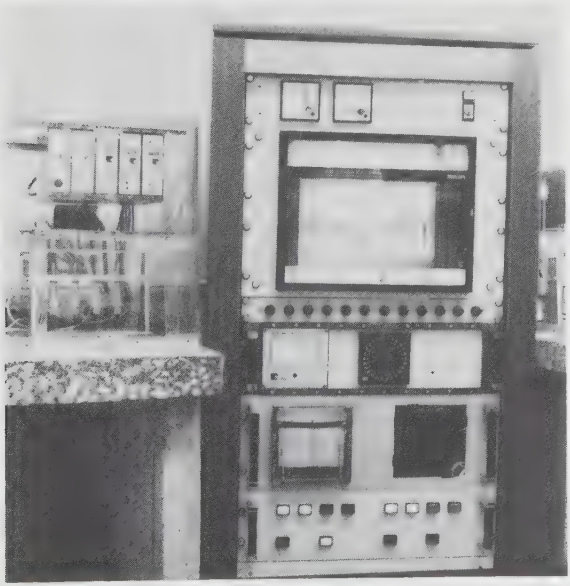


Abb. 11: Anordnung zur Messung des Dimensionsverhaltens

verbunden. Somit wird die Längenänderung des Amalgamkörpers durch Verschieben des Spulenkerns in Stromstärkeänderungen umgewandelt. Das elektrische Signal wird verstärkt und auf einem Registriergerät abgelesen. Die Genauigkeit des Verfahrens liegt bei 0,1 µm/cm. Abb. 12 zeigt ein solches Meßdiagramm am Beispiel des Indium-Amalgams, angemischt im DENTOMAT und mit 28 N/mm² kondensiert.

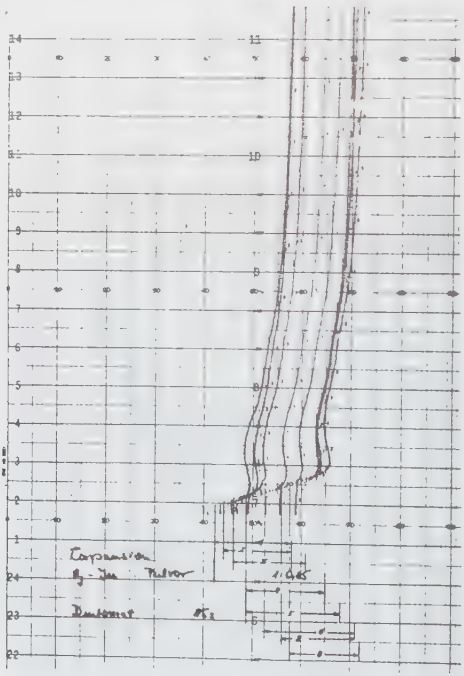


Abb.12: Dimensionsverhalten beim In-Amalgam (Meßdiagramm)

Die Messung (DIN 13904) beginnt 5 Minuten nach Ende der Trituration und endet nach 24 Stunden. Während dieser Zeit wird die Temperatur des Probekörpers auf (37 ± 1)°C gehalten. Um die Norm zu erfüllen, darf die Längenänderung des Probekörpers nur im Bereich zwischen -10 und +20 µm/cm liegen.

4.4. MESSUNG DES QUECKSILBERVERLUSTES UND BESTIMMUNG DES HG-GEHALTES

Durch die Kondensation im Stopfgerät mit 14 N/mm² bzw. 28 N/mm² wurde aus dem frisch triturierten Amalgam überschüssiges Quecksilber abgepreßt. Um diese Menge Δm_{Hg} zu bestimmen, wurden jeweils das angemischte Amalgam vor dem Stopfen (m_E) und der Prüfkörper nach dem Kondensieren (m_S) auf einer Analysenwaage gewogen. Die Differenz wurde als Quecksilberverlust angesehen:

$$\Delta m_{Hg} = m_E - m_S$$

Durch die Messung des Quecksilberverlustes ist es möglich den Hg-Gehalt des Prüfkörpers nach erfolgter Kondensation zu bestimmen. Es gilt:

$$\text{Hg-Gehalt}(\%) = \frac{m_{Hg} - \Delta m_{Hg}}{m_S} \times 100$$

mit: m_{Hg} = Masse des Quecksilbers

4.5. AUSWERTUNG

Die in Tabellen zusammengefaßten Versuchsergebnisse /Anhang/ sind statistisch mit Hilfe der Fehlerrechnung ausgewertet worden /23/. Es wurden der Mittelwert der Daten x und die Standardabweichung des Mittelwertes s sowie die Anzahl der Einzelmessungen n festgehalten. Ein statistischer Test, der sog. NALIMOV-Test, entscheidet, ob das Datenmaterial Ausreißer enthält, die nicht berücksichtigt zu werden brauchen.

Das so erhaltene Meßergebnis wird in Standardform angegeben:

$$x \pm T \text{ (Einheit)}; (s; P; n)$$

mit:

x = Mittelwert

T = Streubereich

s = Standardabweichung des Mittelwertes

P = statistische Sicherheit in %

n = Zahl der zur Mittelwertbildung herangezogenen Einzelmessungen

Dabei errechnet sich der Streubereich T aus

$$T = s \cdot t,$$

wobei der Student-Faktor t von der statistischen Sicherheit P % und dem Freiheitsgrad

$$f = n - 1$$

abhängig ist. Die Werte f und t sind aus einer Tabelle

in /13/ entnommen. Die statistische Sicherheit P soll bei wissenschaftlichen Untersuchungen 99 % betragen.

Für jeweils eine Materialeigenschaft wurden die Meßergebnisse in Kapitel 6 in zwei Formen dargestellt:

1. Tabellarische Zusammenstellung der Mittelwerte in Standardform
2. Graphik

Dabei wurden jeweils alle vier Parameterkombinationen (Stopfdrücke/Mischgeräte) in einer Darstellung (Tabelle oder Graphik) zusammengefaßt.

Grundsätzlich gilt für alle aus den Meßergebnissen abgeleiteten Aussagen bezüglich einer Änderung einer Materialeigenschaft bei Metallzusatz zum Quecksilber gegenüber dem Standardamalgam, daß eine statistische Sicherheit nur dann besteht, wenn sich die Streubereiche der entsprechenden Metallamalgame nicht mit dem Streubereich des jeweiligen Standardamalgams überlappen. Andernfalls können nicht mehr als Tendenzen abgelesen werden.

5. VORVERSUCHE

5.1. PORTIONIERUNG

Legierungspulver und Quecksilber müssen in einem bestimmten Verhältnis zueinander angemischt werden. Bei reinem Quecksilber geschieht dies entsprechend den Anweisungen des Herstellers zu gleichen Gewichtsteilen. Das Legierungspulver wurde auf einer Analysenwaage eingewogen.

Die Portionierung der Metall-Lösungen gestaltete sich schwierig, da die hier untersuchten Lösungen zur Vermeidung einer Oxidation mit Wasser überschichtet waren. Um ohne komplizierte Entnahme und Wägung stets gleichgroße Anteile an wasserfreiem Quecksilber zu gewinnen, wurde folgende Anordnung gewählt: In einem Scheidetrichter wurden die Hg-Lösungen so aufbewahrt, daß sie an der Oberfläche immer von Wasser bedeckt war. Ein Glashahn erlaubte den Auslaß am unteren Ende. Der eigentlich durchgängige Hahn wurde zur einen Seite hin mit Kunststoff verschlossen (vgl. Abb. 13). So war es möglich, eine stets gleich große Quecksilbersäule in den Hahn zu verbringen, wenn er mit seiner noch vorhandenen Öffnung zum Vorratsgefäß zeigte. Drehte man das Ventil um 180°, damit die verschlossene Seite zum Vorratsgefäß und die offene zum Auslaß zeigte, so konnte

eine Quecksilbermenge, die der Länge des Hahnes zwischen Öffnung und Verschluß entsprach, ablaufen. Diese Menge war jederzeit reproduzierbar, und die Konstruktion konnte somit der Portionierung dienen. Auf diese Weise konnte stets die gleiche Menge an Lösung entnommen werden. Eine Wägung von 10 Portionen Metall-Lösung auf einer Analysenwaage ergab als Mittelwert:

$$(0{,}53 \pm 0{,}017)\ \text{g/Portion}$$

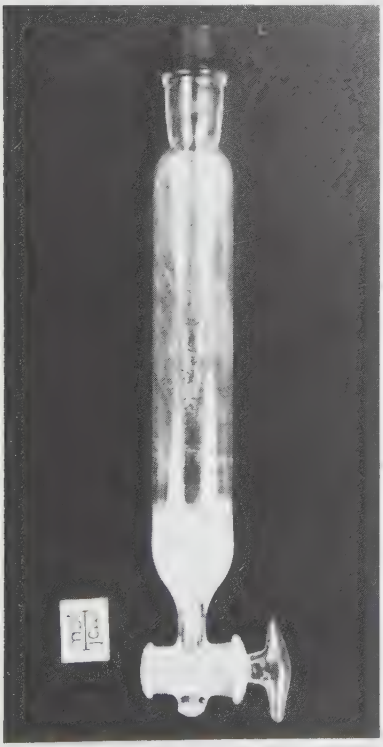


Abb. 13: Auslaßhahn

In Abb. 14 sind Scheidetrichter und Portionsventil in verschiedenen Stellungen dargestellt.

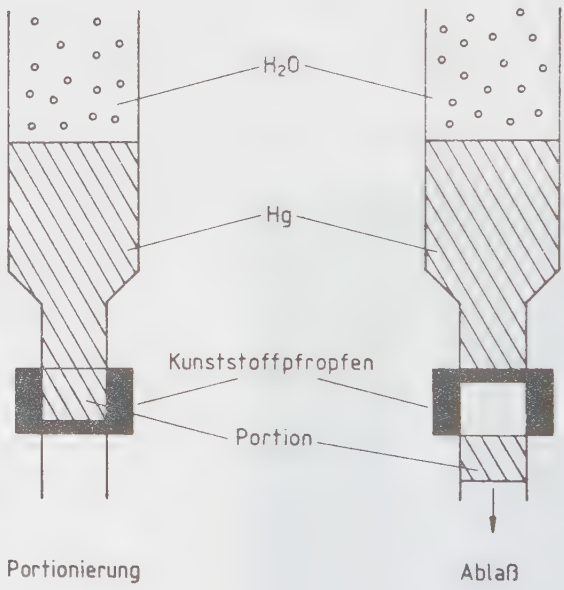


Abb. 14: Auslaßhahn

5.2. ANMISCHTECHNIK

In ersten Versuchen wurde durch Variationen von Mischverhältnis und Triturationszeit von jeder Lösung ein verarbeitungsfähiges Amalgam hergestellt. Dieses Amalgam sollte in Aussehen, Konsistenz, Verarbeitungsdauer und -weise dem Standardamalgam entspechen. Untersucht wurden sämtliche Lösungen in den Anmischverhältnissen Quecksilber zu Feilung von (1:1), (1:0,9), und (1:0,85). Die Triturationszeiten betrugen beim DENTOMAT 15, 20 und 25 sek, beim SILAMAT 5, 10 und 15 sek. Die Ergebnisse sind in den Tabellen I und II zusammengefaßt.

Die nach der Trituration erhaltene Anmischung wurde zunächst nach folgenden Kriterien beurteilt:

1. zusammenhängende Paste
2. an der Kapsel haftend
3. Oberflächenglanz.

ad 1.) Dabei war es wesentlich, eine solche Kombination aus Anmischzeit und Mischungsverhältnis zu finden, daß das hergestellte Amalgam als zusammenhängende, leicht zu handhabende Paste vorlag.

Die Pasten wurden eingeteilt in die Kategorien:

- brüchig
- trocken
- plastisch
- knirschend.

Nur bei Vorliegen der beiden letzten Eigenschaften wurden die Anmischungen weiter untersucht.

ad 2.) Zur Herstellung untereinander vergleichbarer Probekörper war es notwendig, daß die Amalgame nicht an der Anmischkapsel haften blieben.

ad 3.) Der Oberflächenglanz des angemischten Amalgams konnte als Indikator für eine Oxidbildung auf dem angemischten Amalgam herangezogen werden. Die Abstufung in Richtung steigender Oxidation erfolgte von matt-silbrig über silbergrau und dunkelgrau hin zu grauschwarz.

Tabelle I: Ergebnisse der Anmischversuche (DENTOMAT)

Anmischzeit:		15s								20s								25s							
DENTOMAT		zus. Paste	bruchig	trocken	plastisch	knirschend	an Kapsel haft.	Farbe		zus. Paste	bruchig	trocken	plastisch	knirschend	an Kapsel haft	Farbe		zus. Paste	bruchig	trocken	plastisch	knirschend	an Kapsel haft	Farbe	
Bi	1:1	○	○					m		○		○				m		○		○					m
	1:0,9	○	○					m		○		○				m		○							m
	1:0,85		○					m		○			○			m		●				●	●		m
In	1:1	○	○					d		○		○				d		○		○					d
	1:0,9						○	m		○	○					m		○				○			m
	1:0,85	○			○			m		○			○			m		●				●	●		m
Sn	1:1						○	d			○					d			○	○					m
	1:0,9						○	m		○		○				m		○				○			m
	1:0,85	○	○					s		○			○			s		●				●	●		s
Zn	1:1						○	s							○	s								○	s
	1:0,9						○	s		○	○					s		○	○						s
	1:0,85	○		○				s		○			○			s		●				●	●		s
Sr	1:1						○	g			○				○	g			○					○	g
	1:0,9						○	g							○	g								○	g
	1:0,85						○	g							○	d			○					○	d

Farben:

s = silbergrau
m = mattsilbrig
d = dunkelgrau
g = grauschwarz

Anmischzeit:		5s										10s										15s									
SILAMAT		zus. Paste	Drucktrg	Trocken	Plastisch	Knirscheind	an Kapsel haft	Farbe	zus. Paste	Drucktrg	Trocken	Plastisch	Knirscheind	an Kapsel haft	Farbe	zus. Paste	Drucktrg	Trocken	Plastisch	Knirscheind	an Kapsel haft	Farbe	zus. Paste	Drucktrg	Trocken	Plastisch	Knirscheind	an Kapsel haft	Farbe	
Bi	1:1	○		○			s	○	○					s	○	○		○				s								s
	1:0,9	○			○		s	●				●		s	○				○			s				○				s
	1:0,85	○		○			s	○			○			s	○			○				s			○					s
In	1:1	○					m	○						g	○	○						g								g
	1:0,9	○		○			m	○	○					g	○							g								g
	1:0,85	○			○		d	●				●		m	○							g								g
Sn	1:1	○	○				s	○		○				s	○	○						s								s
	1:0,9	○		○			s	○	○					s	○			○				s								s
	1:0,85	○			○		s	●				●		s	○				○			s				○				s
Zn	1:1		○				s	○		○				s	○	○						s								m
	1:0,9			○			s	○	○					s	○							m								m
	1:0,85				○		s	○			○			s	○							s				○				s
Sr	1:1						m	○						g	○	○						g								g
	1:0,9						d	○	○					d	○							d								d
	1:0,85		○				g	○						g	○							g								g

Farben:
s = silbergrau
m = mattsilbrig
d = dunkelgrau
g = grauschwarz

Tabelle II: Ergebnisse der Anmischversuche (SILAMAT)

Aus Tabelle I ist zu entnehmen, daß für die Metall-Lösungen mit Indium, Wismut, Zinn und Zink eine Trituration im DENTOMAT über 25 s bei einem Anmischverhältnis LUMICON mit Quecksilber von 1:0,85 eine gut handhabbare Mischung ergab. Deshalb wurden die Testkörper für die nachfolgenden Versuche auf gleiche Weise hergestellt.

Die Strontium-Lösung haftete an Kunststoffbehälter und Glas. Auch das triturierte Sr-Amalgam klebte übermäßig an der Mischkapsel des DENTOMAT, so daß keine brauchbaren Probekörper angefertigt werden konnten.

In Tabelle II sind die Ergebnisse für die Trituration im SILAMAT angegeben. Es zeigte sich, daß für die Metall-Lösungen mit Indium und Zinn bei einer Trituration im SILAMAT ein Anmischverhältnis von 1:0,85 und eine Triturationsdauer von 10 Sekunden die am besten geeignete Mischung lieferte. Das im Verhältnis 1:0,85 angemischtes Bi-Amalgam zeigte allerdings ein schmierendes Verhalten, so daß alle weiteren Bi-Proben im Verhältnis 1:0,9 bei 10 s hergestellt wurden. Sowohl das Strontium-Amalgam als auch das Zink-Amalgam blieben bei niedrigen Anmischverhältnissen (1:0,8 und 1:0,85) an der Kapsel haften, oder sie waren bei höheren Verhältnissen (1:1 und 1:1,1) brüchig und trocken. Es war daher nicht möglich, geeignete, untereinander

vergleichbare Prüfkörper herzustellen, so daß das Strontium-Amalgam wie das Zink-Amalgam bei den SILAMAT-Meßreihen nicht berücksichtigt werden konnten.

Wie aus den Tabellen I und II zu entnehmen ist, konnten bei Strontiumzusätzen mit den verwendeten Geräten keine geeigneten Amalgamprüfkörper angemischt werden. Dies ist insofern nicht zufriedenstellend, als gerade der Strontiumzusatz wegen seiner oberflächenspannungsvermindernden Wirkung einen positiven Einfluß auf die Amalgameigenschaften erwarten läßt /32/.

Metall-zusatz	DENTOMAT		SILAMAT	
	Anmisch-verhältnis	Anmisch-zeit in s	Anmisch-verhältnis	Anmisch-zeit in s
Zink	1 : 0,85	25	—	—
Zinn	1 : 0,85	25	1 . 0,85	10
Indium	1 . 0,85	25	1 0,85	10
Wismut	1 : 0,85	25	1 . 0,9	10
Standard-amalgam	1 : 1	20	1 . 1	10

Anmischverhältnis = Lösung : Legierungspulver

Tabelle III: Triturationsangaben

Gemäß der DIN 13904 /8/ soll ein Amalgam unmittelbar nach dem Kondensieren und mindestens noch 15 Minuten nach Abschluß der Trituration schneidbar sein. Diese Anforderungen wurden von den verarbeitungsfähigen Amalgamen der Quecksilberlösungen erfüllt.

Die aufgrund der Vorversuche ausgewählten Metall-Amalgame sind in der obigen Tabelle III aufgeführt. Probekörper des Zink-Amalgams wurden ausschließlich mit dem DENTOMAT hergestellt.

6. VERSUCHSREIHEN

6.1. VERGLEICHSTESTREIHE ZUR PRÜFUNG DES KENNWERTES "DRUCKFESTIGKEIT"

6.1.1. BESCHREIBUNG DER MESSREIHEN

Die Druckfestigkeit wurde an je zehn Prüfkörpern sowohl 1 Stunde als auch 24 Stunden nach Abschluß der Trituration gemessen. Je 10 Probekörper jedes Amalgams wurden mit dem DENTOMAT und SILAMAT bei den Stopfdrücken 14 N/mm² und 28 N/mm² hergestellt. Die Prüfkörper wurden vorher einer kritischen Überprüfung unterzogen, da schon "kleinste Stopffehler oder Oberflächenfehler die Tragfähigkeit des Amalgamzylinders erheblich verringern" /25/.

Die Ergebnisse der Testreihen "1h-Druckfestigkeit" und "24h-Druckfestigkeit" sind in den Tabellen IV und V festgehalten.

SUBSTANZ	DENTOMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	67,7 ± 5,3 (1,6; 99; 10)	120,0 ± 2,1 (0,5; 99; 6)
Sn-Amalgam	92,6 ± 3,2 (0,9; 99; 8)	136,8 ± 8,5 (2,6; 99; 10)
In-Amalgam	85,0 ± 2,4 (0,7; 99; 8)	123,6 ± 7,4 (2,3; 99; 10)
Bi-Amalgam	85,6 ± 6,5 (2,0; 99; 10)	121,3 ± 4,3 (1,3; 99; 9)
Zn-Amalgam	60,1 ± 3,6 (1,1; 99; 10)	86,8 ± 2,9 (0,8; 99; 8)

SUBSTANZ	SILAMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	111,6 ± 2,7 (0,8; 99; 9)	148,8 ± 5,3 (1,5; 99; 8)
Sn-Amalgam	111,1 ± 6,5 (2,0; 99; 9)	143,0 ± 8,1 (2,3; 99; 8)
In-Amalgam	114,2 ± 5,4 (1,7; 99; 10)	143,2 ± 7,8 (2,4; 99; 10)
Bi-Amalgam	119,0 ± 3,2 (0,9; 99; 8)	150,8 ± 3,5 (1,0; 99; 8)

Alle Angaben in Standardform

Mittelwert, Streubereich und Standardabweichung in N/mm²

TABELLE IV: Ergebnisse der 1-Stunden-Druckfestigkeit

SUBSTANZ	DENTOMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	325 ± 12 (3,5; 99; 9)	354 ± 10 (3,0; 99; 10)
Sn-Amalgam	360 ± 7 (1,9; 99; 8)	398 ± 7 (2,0; 99; 8)
In-Amalgam	352 ± 6 (1,9; 99; 9)	391 ± 13 (3,8; 99; 9)
Bi-Amalgam	355 ± 13 (4,1; 99; 10)	387 ± 10 (2,9; 99; 8)
Zn-Amalgam	341 ± 13 (4,0; 99; 10)	371 ± 13 (3,8; 99; 9)

SUBSTANZ	SILAMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	392 ± 12 (3,5; 99; 9)	432 ± 4 (1,2; 99; 8)
Sn-Amalgam	382 ± 6 (1,9; 99; 10)	418 ± 6 (1,6; 99; 9)
In-Amalgam	371 ± 4 (1,2; 99; 10)	407 ± 4 (1,4; 99; 10)
Bi-Amalgam	374 ± 10 (0,7; 99; 8)	411 ± 3 (0,7; 99; 8)

Alle Angaben in Standardform

Mittelwert, Streubereich und Standardabweichung in N/mm²

TABELLE V: Ergebnisse der 24-Stunden-Druckfestigkeit

6.1.2. DISKUSSION DER MESSERGEBNISSE

Zur weiteren Diskussion sind die Meßergebnisse der Tabellen IV und V aus Gründen der Anschaulichkeit in den Graphiken Abb. 15 und Abb. 16 noch einmal dargestellt. In einem Diagramm sind jeweils die Amalgame zusammengefaßt, welche unter gleichen äußeren Bedingungen (Mischgerät, Stopfdruck) hergestellt wurden. Auf der Abszisse ist der jeweilige Druck in N/mm² abgetragen. Mittelwert und Streubereich des Standardamalgams sind als schraffierter Balken in jede Graphik eingetragen. Die zugehörigen Metallamalgame sind mit ihren Mittelwerten und Streubereichen, ermittelt aus den Standardabweichungen der Mittelwerte, als schwarze Rechtecke abgebildet. Zusätzlich wurde in jedes Diagramm die DIN-Mindestforderung als gestrichelte Linie aufgenommen.

Bei der Betrachtung der Graphiken wird sofort ersichtlich, daß alle Amalgame bezüglich ihrer 1h-Druckfestigkeit und 24h-Druckfestigkeit weit über der DIN-Forderung (50 N/mm² nach 1 Stunde und 300 N/mm² nach 24 Stunden) liegen. Weiterhin gilt generell, daß die äußeren Bedingungen (Anmischgerät, Stopfdruck) entscheidenden Einfluß auf die Druckfestigkeit haben:

Grundsätzlich ist die Druckfestigkeit der mit dem SILAMAT angemischten Amalgame höher als bei denen, die mit dem DENTOMAT bei gleichem Stopfdruck trituriert wurden.

Einen ähnlichen Einfluß besitzt der Stopfdruck selbst:

Alle bei einem Stopfdruck von 28 N/mm² mit dem gleichen Mischgerät hergestellten Amalgame besitzen eine höhere Druckfestigkeit, als die mit 14 N/mm² gestopften Amalgame.

Dieses Ergebnis bezüglich des Einflusses des Kondensationsdruckes deckt sich qualitativ mit Messungen von JÖRGENSEN /21/ aus dem Jahre 1966. In Abb. 17 sind seine Ergebnisse dargestellt. Es ist ersichtlich, daß der Effekt des erhöhten Kondensationsdruckes besonders stark bei relativ niedrigen Drücken ausgeprägt ist. Ähnliche Ergebnisse zeigen auch Untersuchungen von SZAFRANIAK /35/.

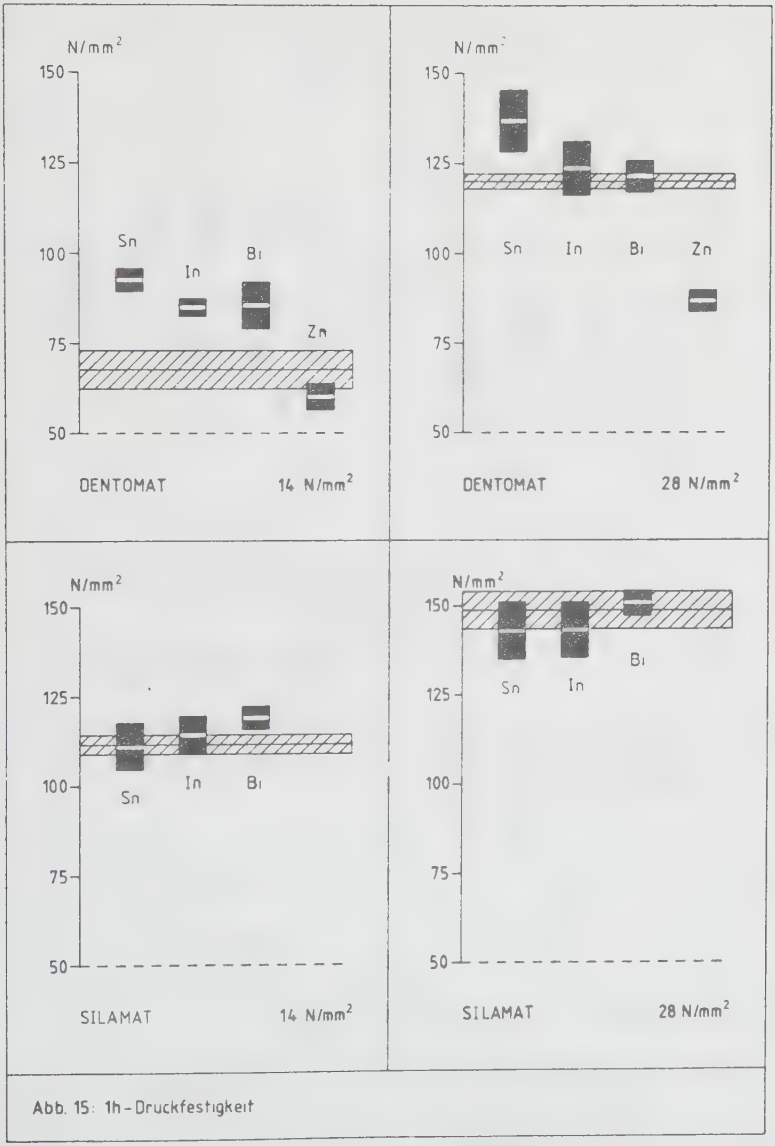


Abb. 15: 1h-Druckfestigkeit

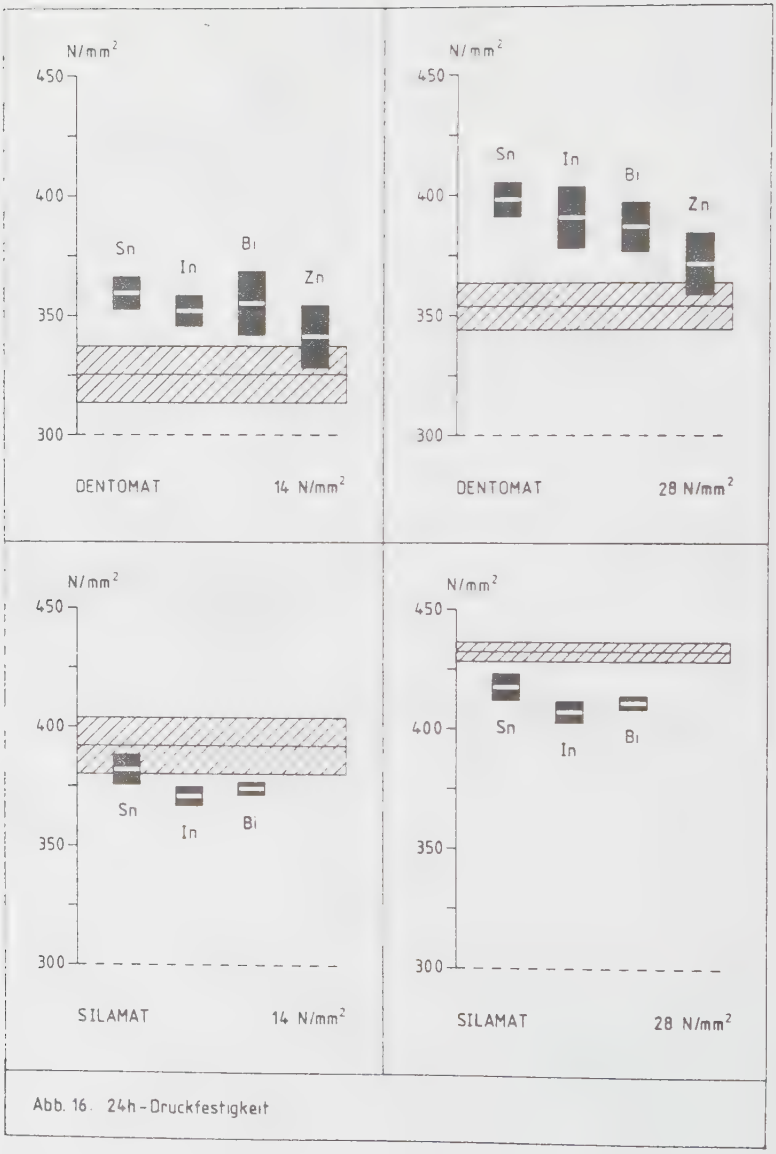


Abb. 16. 24h-Druckfestigkeit

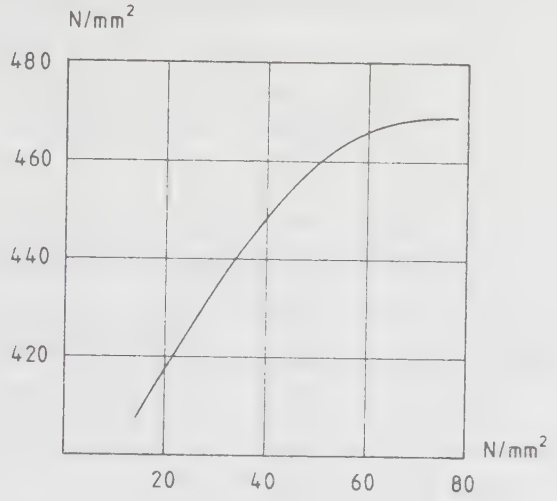


Abb. 17: Einfluß des Stopfdruckes auf die Druckfestigkeit /21/

Betrachtet man die 1h-Druckfestigkeit der Amalgame, angemischt auf dem DENTOMAT bei 14 bzw. 28 N/mm², so zeigt sich qualitativ ein gleiches Verhalten. Während die Druckfestigkeit des Zink-Amalgams jeweils unter der des Standardamalgams liegt, erhöht sich die Druckfestigkeit des Amalgams bei Zugabe von Indium, Zinn und Wismut zum Quecksilber gegenüber dem Standardamalgam. Am ausgeprägtesten ist diese Druckfestigkeitserhöhung bei dem Zinn-Amalgam: Beispielsweise beträgt beim Zinn-Amalgam die Zunahme der Druckfestigkeit bezogen auf die des Standardamalgams 34 % (DENTOMAT; 14 N/mm²). Für Zinn-, Wismut- und Indiumamalgam ist bei einem Stopf-

druck von 14 N/mm² eine statistisch gesicherte Zunahme der Druckfestigkeit zu beobachten (keine Überlappung der jeweiligen Streubereiche mit dem zugehörigen Standardamalgam).

Die 24h-Druckfestigkeit der unter gleichen Bedingungen (DENTOMAT) hergestellten Amalgame zeigt qualitativ das gleiche Ergebnis wie bei der 1h-Druckfestigkeit, mit Ausnahme des Zink-Amalgams. Wie in Abb. 16 zu sehen ist, besitzt auch das Zink-Amalgam nach einer 24-stündigen Lagerung eine höhere Druckfestigkeit als das Standardamalgam.

Etwas anders liegen die Verhältnisse bei den mit dem SILAMAT angemischten Amalgamen. Die 24h-Druckfestigkeit bei den auf dem SILAMAT angemischten Metall-Amalgamen ist generell geringer als die des Standardamalgams. Besonders deutlich tritt dieser Unterschied beim Indium- und Wismutamalgam auf.

Insgesamt ist erkennbar, daß die Zumischung von Fremdmetallen zum Quecksilber im angegebenen Verhältnis auf die Druckfestigkeit nur bei den DENTOMAT-gemischten Amalgamen eine signifikante Steigerung ergibt: Die besten Druckfestigkeitswerte zeigten die Zinn-Amalgame, die schlechtesten Ergebnisse wurden bei Zumischung von Zink erzielt. Bei den SILAMAT-angemischten Amalgamen kann man keine Verbesserung der Festigkeit beobachten.

6.2. VERGLEICHSTESTREIHE ZUR PRÜFUNG DES KENNWERTES "CREEP"

6.2.1. BESCHREIBUNG DER MESSREIHEN

Zur Untersuchung des Kennwertes "Creep" wurden die Probekörper zunächst 24 Stunden ausgehärtet. Danach wurden sie in ein Creep-Meßgerät eingespannt und dem konstanten Druck von 36 N/mm² ausgesetzt. Die dadurch verursachte Längenverkürzung wurde eine Stunde und vier Stunden nach Einsetzen der Probekörper in das Prüfgerät mittels einer digitalen Mikrometerschraube gemessen. Es wurden von jedem Metallamalgam acht Testkörper, jeweils mit dem DENTOMAT bzw. SILAMAT angemischt und bei 14 bzw. 28 N/mm² Stopfdruck hergestellt, der Creep-Untersuchung unterzogen. Vergleichbare Prüfkörper des Zink-Amalgams konnten aus den in Abschnitt 5.2. genannten Gründen nur mit dem DENTOMAT trituriert werden. Um einen Vergleich zum Standardamalgam zu erhalten, wurden auch je acht Probekörper des Standardamalgams auf beiden Anmischgeräten und mit beiden Stopfdrücken hergestellt.

Die Ergebnisse dieser Vergleichstestreihen werden in der folgenden Tabelle VI zusammengefaßt.

SUBSTANZ	DENTOMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	2,04 ± 0,23 (0,06; 99; 8)	1,58 ± 0,62 (0,18; 99; 8)
Sn-Amalgam	1,84 ± 0,02 (0,00; 99; 5)	1,47 ± 0,20 (0,06; 99; 8)
In-Amalgam	1,83 ± 0,21 (0,06; 99; 8)	1,50 ± 0,03 (0,01; 99; 5)
Bi-Amalgam	2,18 ± 0,37 (0,11; 99; 8)	1,51 ± 0,15 (0,04; 99; 7)
Zn-Amalgam	1,36 ± 0,21 (0,06; 99; 8)	1,21 ± 0,17 (0,05; 99; 8)

SUBSTANZ	SILAMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	2,56 ± 1,05 (0,30; 99; 8)	2,06 ± 0,27 (0,08; 99: 8)
Sn-Amalgam	2,65 ± 0,34 (0,09; 99; 7)	1,84 ± 0,09 (0,02; 99; 7)
In-Amalgam	2,35 ± 0,43 (0,12; 99; 8)	1,62 ± 0,17 (0,05; 99; 8)
Bi-Amalgam	3,22 ± 0,46 (0,13; 99; 8)	2,54 ± 0,23 (0,07; 99; 8)

Alle Angaben in Standardform

Mittelwert, Streubereich und Standardabweichung in %

TABELLE VI: Ergebnisse der Creep-Untersuchungen

6.2.2. DISKUSSION DER MESSERGEBNISSE

Um die Ergebnisse der Tabelle VI besser diskutieren zu können, wurden sie in Diagrammen dargestellt (Abb. 18). Auf der Abszisse ist der Kriechwert in Prozent abgetragen, Mittelwerte und Streubereiche der Metall-Amalgame sind, wie schon in Abschnitt 6.1.2. beschrieben, eingetragen. Die DIN-Höchstgrenze von 3 % ist in jedem Diagramm gestrichelt markiert.

Aus den Graphiken wird ersichtlich, daß die Creep-Werte bei den auf dem DENTOMAT angemischten Amalgamen bei beiden untersuchten Stopfdrücken besser sind als die auf dem SILAMAT triturierten Amalgame. Während die ersten einen Creep-Wert von 2 % und weniger besitzen, zeigen die letztgenannten einen Kriechwert von mehr als 3 % (Ausnahmen: Zinn- und Indium-Amalgam bei 28 N/mm^2). Weiterhin ist zu erkennen, daß bei allen Meßreihen der Stopfdruck einen entscheidenden Einfluß auf das Kriechen besitzt: mit steigendem Stopfdruck nimmt der Creep deutlich ab.

Bei der Einzelbetrachtung der Metall-Amalgame fällt auf, daß das Zink-Amalgam deutlich bessere Creep-Werte gegenüber den anderen Amalgamen, insbesondere gegenüber dem Standardamalgam aufweist. Besonders ausgeprägt ist dieses Verhalten bei den Prüfkörpern, die im DENTOMAT bei 14 N/mm^2 angemischt wurden. Hier liegt der Creep-

Wert im Vergleich zum Standardamalgam um 33 % niedriger.

Indiumzusatz verursacht bei allen vier Vergleichstestreihen eine geringe Verbesserung des Kriechverhaltens. Das gleiche gilt für den Zinnzusatz mit Ausnahme der Parameterkombination SILAMAT-14 N/mm².

Den ungünstigsten Einfluß als Metallzusatz zeigt das Wismut. In allen Untersuchungsreihen bewirkt es eine Verschlechterung bzw. keine Veränderung des Kriechverhaltens gegenüber dem jeweiligen Standardamalgam.

Insgesamt läßt sich sagen, daß die vorliegenden Untersuchung bezüglich des Einflusses von Metallzusätzen auf den Kennwert "Creep" kaum signifikante Aussagen zuläßt. Wie man aus den entsprechenden Diagrammen entnimmt, überlappen sich die Streubereiche der Metallamalgame fast immer mit dem Streubereich des entsprechenden Standardamalgams. Somit können allenfalls Tendenzen abgelesen werden. Mit dieser Einschränkung läßt sich als Fazit ableiten, daß ein Metallzusatz die Creep-Eigenschaften der DENTOMAT-gemischten Amalgame überwiegend verbessert. Bei den SILAMAT-gemischten Amalgamen ist der Einfluß der Metallzusätze nicht so einheitlich.

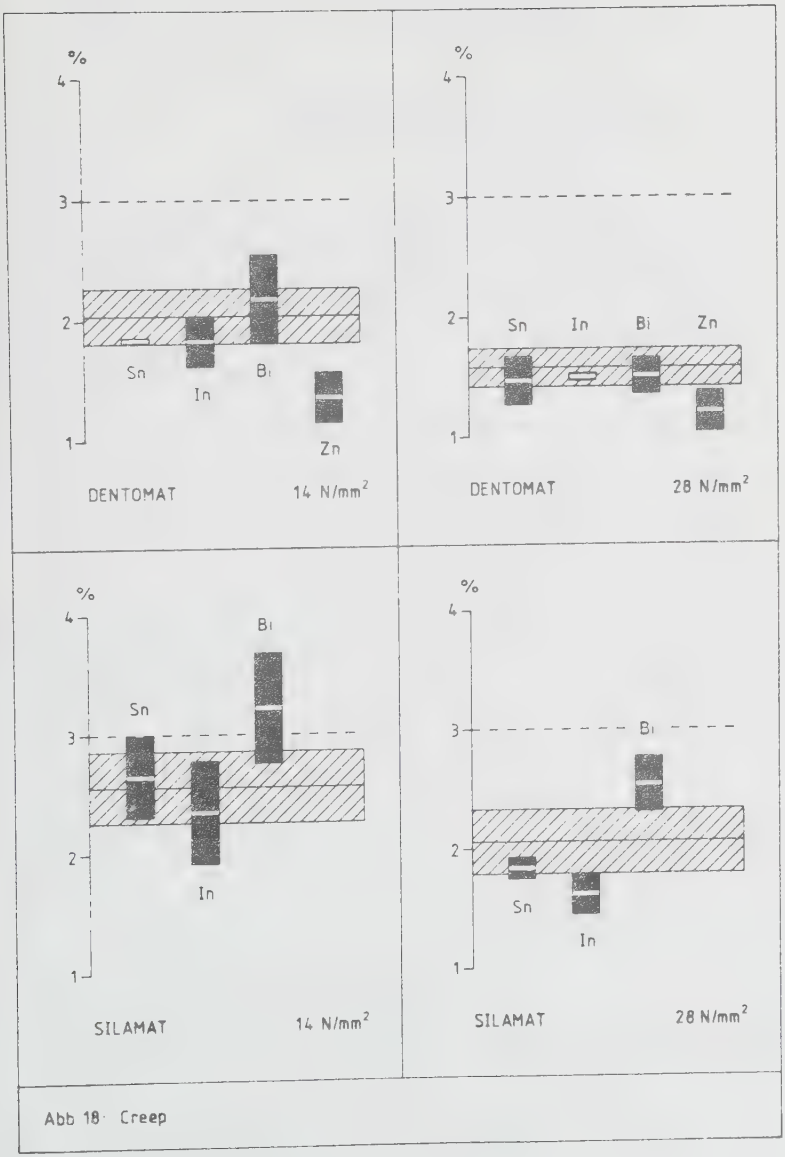

%
4
3
2
1
Sn
In
Bi
Zn
DENTOMAT
14 N/mm²
%
4
3
2
1
Sn
In
Bi
Zn
DENTOMAT
28 N/mm²
%
4
3
2
1
Sn
In
Bi
SILAMAT
14 N/mm²
%
4
3
2
1
Bi
Sn
In
SILAMAT
28 N/mm²

Abb 18 Creep

6.3. VERGLEICHSTESTREIHE ZUR PRÜFUNG DES KENNWERTES "DIMENSIONSVERHALTEN"

6.3.1. BESCHREIBUNG DER MESSREIHEN

Zur Untersuchung der Längenänderung während des Aushärtens wurden jeweils acht Prüfkörper der zu testenden Metall-Amalgame auf beiden Anmischgeräten und mit beiden Stopfdrücken trituriert. Die Längenänderung wurde, wie in Abschnitt 4.3 beschrieben, 5 Minuten bis 24 Stunden nach Trituration gemessen. Zum Vergleich mit dem Standardamalgam wurden auch je acht Probekörper desselben unter den angegebenen Bedingungen hergestellt.

Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle VII zusammengefaßt.

SUBSTANZ	DENTOMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	- 0,4 ± 1,8 (0,5; 99; 8)	+ 0,8 ± 1,9 (0,5; 99; 8)
Sn-Amalgam	- 6,9 ± 0,9 (0,2; 99; 8)	- 3,9 ± 3,1 (0,9; 99; 7)
In-Amalgam	- 5,5 ± 1,5 (0,4; 99; 7)	- 3,8 ± 0,4 (0,1; 99; 7)
Bi-Amalgam	+ 0,4 ± 1,8 (0,5; 99; 8)	- 4,0 ± 1,8 (0,5; 99; 8)
Zn-Amalgam	- 0,2 ± 2,7 (0,8; 99; 8)	- 0,7 ± 2,1 (0,6; 99; 7)

SUBSTANZ	SILAMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	-12,6 ± 2,2 (0,5; 99; 6)	-11,4 ± 1,3 (0,3; 99; 6)
Sn-Amalgam	-11,5 ± 2,2 (0,5; 99; 6)	-10,8 ± 2,1 (0,6; 99; 8)
In-Amalgam	- 9,6 ± 2,4 (0,7; 99; 7)	- 6,9 ± 3,5 (1,0; 99; 8)
Bi-Amalgam	-10,1 ± 3,1 (0,9; 99; 8)	- 7,6 ± 2,4 (0,6; 99; 6)

Alle Angaben in Standardform

Mittelwert, Streubereich und Standardabweichung in µm/cm

TABELLE VII: Ergebnisse der Dimensions-Untersuchungen

6.3.2. DISKUSSION DER MESSERGEBNISSE

Wie schon in den vorherigen Abschnitten sind zur Veranschaulichung graphische Darstellungen (Abb. 19) gewählt worden. Auf der Abszisse ist die Längenänderung in µm/cm abgetragen. Die vom Normenausschuß Dental geforderte Obergrenze von + 20 µm/cm und die Untergrenze von - 10 µm/cm sind als gestrichelte Linien in jedem Diagramm eingetragen.

Der Einfluß des Anmischgerätes ist unverkennbar: Während die im DENTOMAT angemischten Standardamalgame praktisch keine Längenänderung aufweisen, zeigt das auf dem SILAMAT triturierte Standardamalgam eine Längenverkürzung um etwa 10 µm/cm. Interessanterweise bewirken die Metallzusätze bei den verschiedenen Anmischgeräten unterschiedliche Tendenzen hinsichtlich des Dimensionsverhaltens. Während beim DENTOMAT durch Zusatz der Fremdmetalle eine Längenverkürzung gegenüber dem Standardamalgam erreicht wird (Ausnahme: Wismutamalgam bei 14 N/mm^2), beobachtet man bei SILAMAT-angemischten Amalgamen im Vergleich zum Standardamalgam eine Längenzunahme. Absolut gesehen verursachen jedoch alle Metallzugaben eine Längenverminderung. Auffallend ist, daß das Standard- sowie einige Metallamalgame, wenn sie auf dem SILAMAT angemischt wurden, die Normforderung bezüglich Dimensionsverhalten nicht erfüllen.

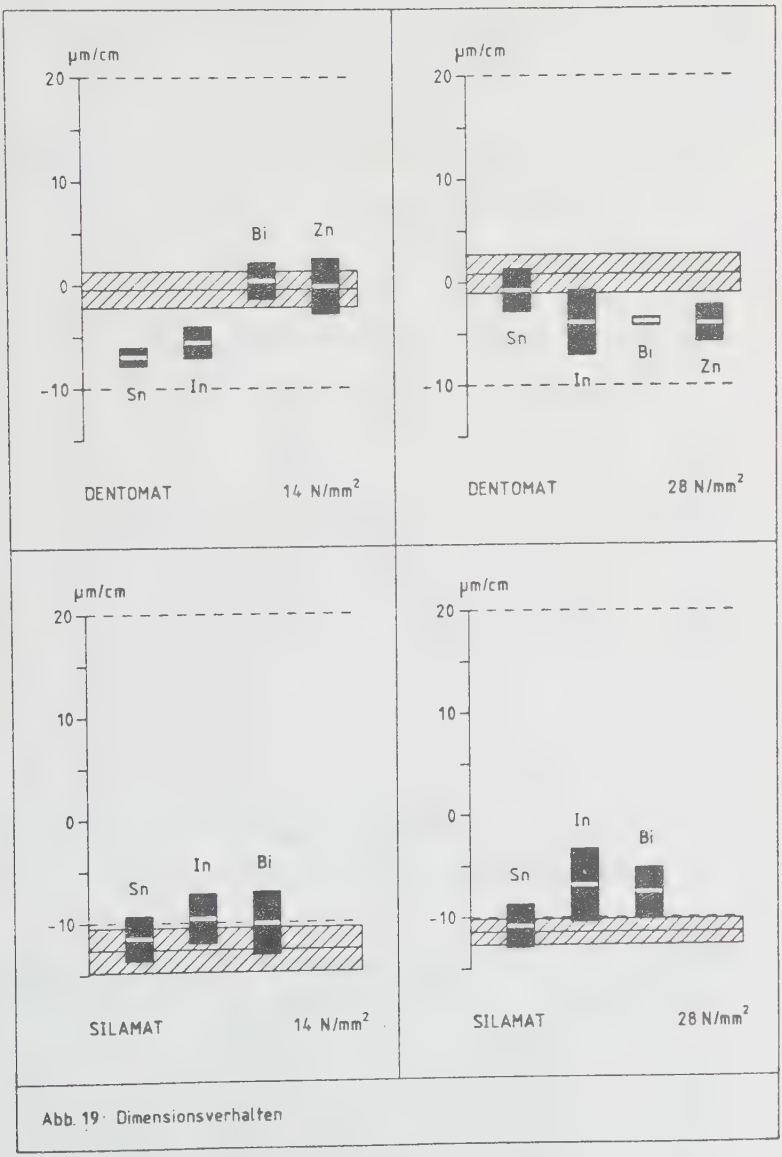


Abb. 19 · Dimensionsverhalten

Betrachtet man den Aspekt der Längenänderung klinisch, so wäre eine geringe Zunahme der Länge günstig, da so durch besonders innige Adaptation des Amalgams an die Kavität der stets gegebene Randspalt verringert würde. HEALEY und PHILIPPS /16/ stellten fest, daß Amalgame mit sehr starker Volumenzunahme zu überstehenden Füllungsrändern, ja sogar zu Absprengungen der Kavitätenwände führen. Überstehende Füllungsränder wiederum brechen leicht ab und sind Retentionsstellen für Plaque oder Speisereste, die die Bildung von Sekundärkaries fördern. Eine starke Volumenabnahme kann zur verstärkten Spaltbildung führen, die ebenso die Sekundärkaries begünstigt. ILG /18/, TAYLOR /36/ und DOLDER /10/ fordern eine geringgradige Expansion. BLACK /3/ und HAUBEIL /15/ dagegen befürworten ein Amalgam, das sich durch konstantes Dimensionsverhalten auszeichnet. McDONALD und PHILIPPS /27/ konnten jedoch nachweisen, daß selbst Füllungen mit kontrahierenden Amalgamen (bis zu 30 µm/cm im Norm-Versuch) auch nach drei Jahren keine klinischen Nachteile gegenüber Amalgamen mit konstantem Volumenverhalten zeigten.

Wenn nur das Dimensionsverhalten in Betracht gezogen wird, wäre ein Zusatz von Fremdmetallen zum Quecksilber nur bei Anmischung mit dem SILAMAT von Vorteil, da hierbei eine Verminderung der Längenverkürzung gegenüber dem Standardamalgam erreicht wird. Besonders ausgeprägt ist dieses Verhalten bei den Indium-Amalgamen.

Zum Beispiel sinkt die Längenverkürzung beim Stopfdruck von 28 N/mm² von über 11 µm/cm auf etwa 6 um/cm beim Zusatz von 0,5 % Indium zum Quecksilber. Hingegen bringt die Zugabe von Fremdmetallen bei Benutzung des DENTOMAT keine Vorteile.

6.4. VERGLEICHSTESTREIHE ZUR PRÜFUNG DES HG-VERLUSTES UND DES HG-GEHALTES NACH DER KONDENSATION

6.4.1. BESCHREIBUNG DER MESSREIHEN

Der Quecksilbergehalt des gestopften Probekörpers hat einen bedeutenden Einfluß auf die Kennwerte "Druckfestigkeit", "Creep" und "Dimensionsverhalten" /22/. Er kann durch die Messung des Hg-Verlustes, der durch die Kondensierung entsteht, erfaßt werden. Zur Überprüfung des Quecksilberverlustes nach dem Stopfen wurden auf beiden Triturationsgeräten je 10 Proben der jeweiligen Lösung angemischt, gewogen und anschließend bei 14 N/mm² bzw. 28 N/mm² kondensiert und nochmals gewogen. Um einen Vergleich zum Standardamalgam zu erhalten, werden auch je 10 Proben mit reinem Quecksilber und LUMICON auf beiden Geräten angemischt und wie beschrieben getestet.

Die Tabelle VIII faßt die Ergebnisse dieser Vergleichstestreihe zusammen.

In Tabelle IX sind die Quecksilbergehalte der Amalgamprüfkörper aufgeführt.

SUBSTANZ	DENTOMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	16,6 ± 1,9 (0,6; 99; 9)	37,1 ± 3,2 (1,0; 99; 9)
Sn-Amalgam	29,7 ± 2,3 (0,7; 99; 8)	40,9 ± 0,7 (0,2; 99; 5)
In-Amalgam	29,0 ± 1,4 (0,4; 99; 9)	40,4 ± 3,0 (0,9; 99; 9)
Bi-Amalgam	29,0 ± 0,4 (0,1; 99; 6)	43,1 ± 3,4 (1,1; 99; 10)
Zn-Amalgam	19,0 ± 5,0 (1,6; 99; 10)	36,6 ± 1,8 (0,6; 99; 9)

SUBSTANZ	SILAMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	23,8 ± 1,0 (0,3; 99; 9)	36,8 ± 0,8 (0,2; 99; 8)
Sn-Amalgam	28,8 ± 2,8 (0,9; 99; 10)	42,5 ± 3,0 (0,8; 99; 7)
In-Amalgam	29,5 ± 2,0 (0,6; 99; 8)	43,6 ± 3,9 (1,2; 99; 10)
Bi-Amalgam	26,7 ± 4,0 (1,2; 99; 10)	41,2 ± 5,1 (1,6; 99; 10)

Alle Angaben in Standardform

Mittelwert, Streubereich und Standardabweichung in %

TABELLE VIII: Ergebnisse zum Quecksilberverlust

SUBSTANZ	DENTOMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	45,5 ± 0,6 (0,2; 99; 9)	38,6 ± 1,2 (0,4; 99; 9)
Sn-Amalgam	45,3 ± 0,8 (0,2; 99; 8)	41,0 ± 0,3 (0,1; 99; 5)
In-Amalgam	45,5 ± 0,5 (0,2; 99; 9)	41,2 ± 1,3 (0,4; 99; 9)
Bi-Amalgam	45,5 ± 0,1 (0,0; 99; 6)	40,1 ± 1,4 (0,4; 99; 10)
Zn-Amalgam	48,8 ± 1,6 (0,5; 99; 10)	42,7 ± 0,7 (0,2; 99; 9)

SUBSTANZ	SILAMAT	
	Stopfdruck: 14 N/mm²	Stopfdruck: 28 N/mm²
Standard	43,3 ± 0,3 (0,1; 99; 9)	38,7 ± 0,3 (0,1; 99; 8)
Sn-Amalgam	45,6 ± 1,0 (0,3; 99; 10)	41,4 ± 2,0 (0,6; 99; 8)
In-Amalgam	45,3 ± 0,7 (0,2; 99; 8)	39,9 ± 1,6 (0,5; 99; 10)
Bi-Amalgam	44,9 ± 1,3 (0,4; 99; 10)	39,5 ± 2,1 (0,6; 99; 10)

Alle Angaben in Standardform

Mittelwert, Streubereich und Standardabweichung in %

TABELLE IX: Quecksilbergehalt

6.4.2. DISKUSSION DER MESSERGEBNISSE

Wie in Abschnitt 6.4.1. schon erwähnt, hat der Quecksilbergehalt einen wesentlichen Einfluß auf die Eigenschaften der Probekörper. JÖRGENSEN /22/ hat in seiner Untersuchung die Bedeutung des Quecksilbergehaltes für das Kriechen, das Dimensionsverhalten und die Druckfestigkeit bestimmt. Die Ergebnisse sind in Abb. 20 und 21 festgehalten. Danach nimmt der Creep-Wert mit steigendem Hg-Gehalt zu, und die Druckfestigkeit fällt ent-

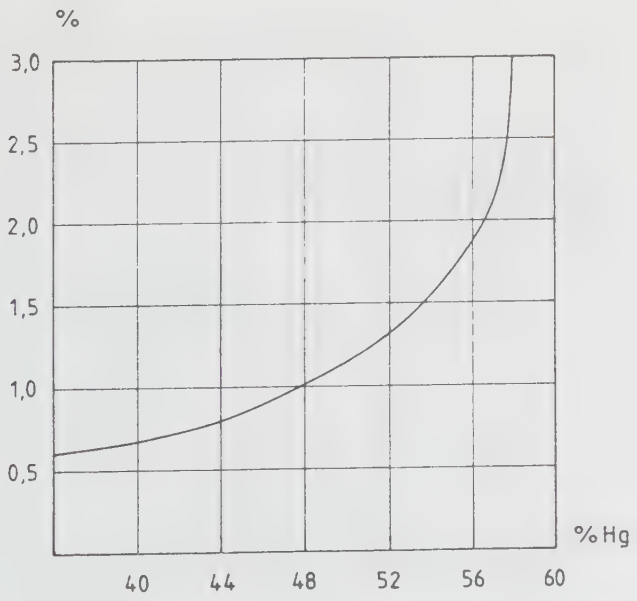


Abb. 20: Bedeutung des Quecksilbergehaltes für den Creep /22/

sprechend ab, während sich das Expansionsverhalten bei steigendem Hg-Gehalt vergrößert. Wie man sieht, wäre es wünschenswert, daß die Metall-Prüfkörper den gleichen Hg-Gehalt besitzen wie das Standardamalgam, um überhaupt auf einen Einfluß der Metallzusätze auf die Eigenschaften des Amalgams schließen zu können. Da die Metall-Amalgame im Gegensatz zu den zugehörigen Standardamalgamen mit einem höheren Hg-Anteil angemischt wurden, ist von vornherein nicht zu erwarten, daß diese Bedingung erfüllt ist.

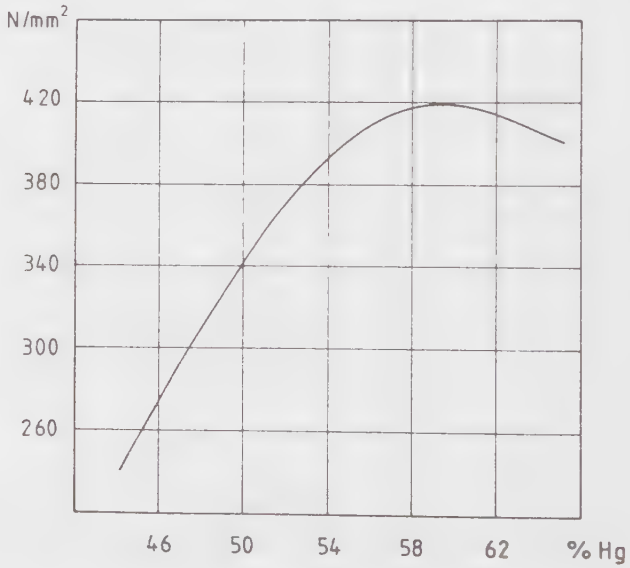


Abb. 21: Einfluß des Quecksilbergehaltes auf die Druckfestigkeit /22/

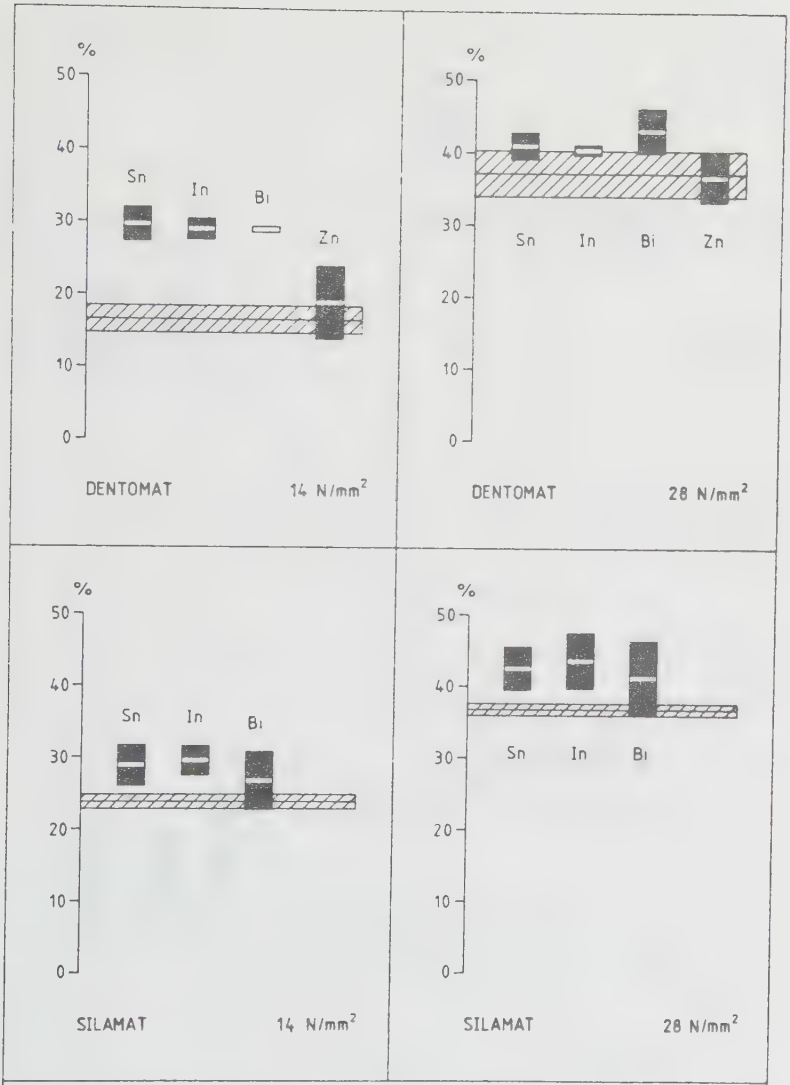


Abb. 23 · Quecksilberverlust

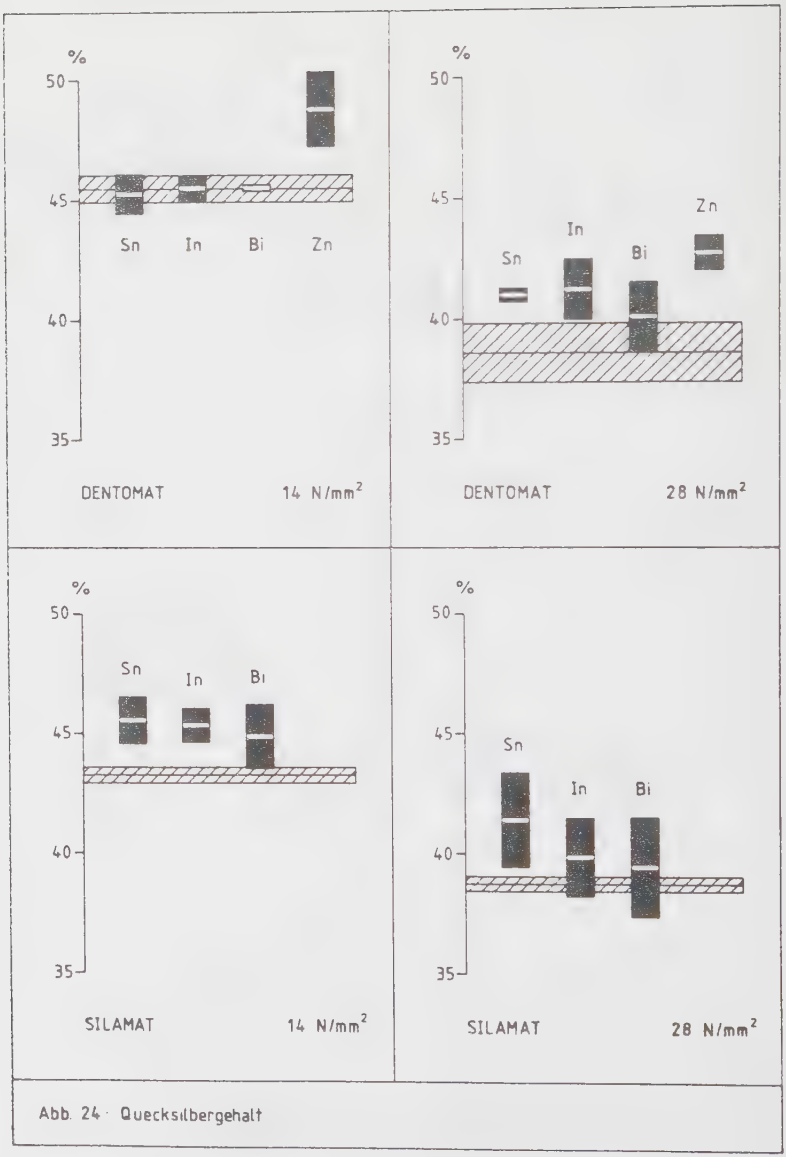


Abb. 24 · Quecksilbergehalt

In Abb. 22 sind in der bekannten Form die Quecksilberverluste aufgetragen. Man erkennt sofort, daß die Quecksilberverluste (prozentual bezogen auf den ursprünglichen Hg-Anteil) über dem des jeweiligen Standardamalgams liegen. In Abb. 23 sind schließlich die absoluten Hg-Gehalte der einzelnen Amalgame (beide Anmischgeräte; beide Stopfdrücke) dargestellt. Wie man erkennen kann, besitzen die Metallamalgame einen maximal 3 % höheren absoluten Quecksilbergehalt gegenüber dem jeweiligen Standardamalgam (Ausnahme: Zinkamalgam bei DENTOMAT-28 N/mm² etwa 4 %). Bei den Testreihen mit der Parameterkombination DENTOMAT-14N/mm² sind die Quecksilbergehalte der Metallamalgame mit Ausnahme des Zinkamalgams innerhalb der Meßgenauigkeit gleich dem Hg-Gehalt des Standardamalgams. Bei den DENTOMAT-gemischten Amalgamen und einem Stopfdruck von 28 N/mm² besitzen die Metallamalgame generell einen höheren Quecksilbergehalt als das Standardamalgam. Das gleiche gilt für alle mit dem SILAMAT angemischten Metallamalgame.

Steigender Stopfdruck äußert sich in allen Fällen mit einer Abnahme des Quecksilbergehaltes. Die Wahl des Mischgerätes spielt beim Hg-Gehalt keine entscheidende Rolle.

Aufgrund der geringen Unterschiede im Quecksilbergehalt zwischen den Metallamalgamen einerseits und dem Standardamalgam andererseits können die in den vorangegan-

genen Abschnitten herausgestellten Veränderungen der Materialeigenschaften als eine Folge des Metallzusatzes betrachtet werden und nicht auf eine Änderung des Quecksilbergehaltes der Probekörper zurückgeführt werden.

7. DISKUSSION

In diesem Kapitel soll versucht werden, auf die in der Einleitung gestellte Frage, ob es möglich ist die Amalgameigenschaften durch gezielte Metallzusätze zum Quecksilber zu verbessern oder zu verschlechtern, eine Antwort zu geben.

Grundsätzlich gilt für alle Versuchsreihen, daß die jeweils zugesetzten Metalle eine Oxidierung der Hg-Lösung vor dem eigentlichen Anmischen hervorrufen. Wie in Abschnitt 5.2. beschrieben wurde, war daher eine Überschichtung mit Wasser notwendig. Die Abwesenheit des Oberflächenglanzes entspricht auch Beobachtungen anderer Autoren /2/, /19/, wonach 10 ppm Metallzusatz ausreichen, eine Oxidation durch den Luftsauerstoff einzuleiten. Des weiteren mußte zum Anmischen des Amalgams mehr Quecksilberlösung verwendet werden als zur Herstellung des jeweiligen Standardamalgams. Dieses überschüssige Quecksilber wird bei der Kondensation wieder abgepreßt. Zusammenfassend läßt sich somit sagen, daß die Metallzusätze die Handhabung des Quecksilbers erschweren und den Verbrauch an Quecksilber erhöhen.

7.1. BEURTEILUNG DES ZINK-ZUSATZES

Die Änderungen der Amalgameigenschaften bei Zusatz von Zink zum Quecksilber sind in der folgenden Tabelle dargestellt.

KENNWERT	MISCHER	
	DENTOMAT	SILAMAT
Druckfestigkeit 1h	−	
Druckfestigkeit 24h	+	
Creep	+	
Dimensionsverhalten	−	

SYMBOLE: + Verbesserung
− Verschlechterung
o kein Unterschied
} gegenüber dem Standardamalgam

Tabelle X: Einfluß des Zink-Zusatzes

Der Stopfdruck spielt in diesem Fall keine Rolle. Wie man sieht, verbessern sich das Creep-Verhalten und die 24h-Druckfestigkeit, während sich Dimensionsverhalten und 1h-Druckfestigkeit verschlechtern. Die Verbesserung des Creep-Verhaltens ist auch schon von anderen Autoren angesprochen worden /20/.

Ein Vergleich der obigen Ergebnisse mit ähnlichen Untersuchungen /32/ zeigt eine qualitative Übereinstim-

mung. Bei Zusatz ähnlicher Mengen an Zink verschlechtern sich Dimensions- und Druckverhalten relativ zum Standardamalgam.

7.2. BEURTEILUNG DES ZINN-ZUSATZES

Tabelle XI vermittelt einen Eindruck von der Wirksamkeit des Zinn-Zusatzes.

KENNWERT	MISCHER	
	DENTOMAT	SILAMAT
Druckfestigkeit 1h	+	−
Druckfestigkeit 24h	+	−
Creep	+	+
Dimensionsverhalten	−	+

SYMBOLE: • Verbesserung
- Verschlechterung
o kein Unterschied
} gegenüber dem Standardamalgam

Tabelle XI: Einfluß des Zinn-Zusatzes

Die Bewertungen gelten für beide Stopfdrücke. Es ist ersichtlich, daß besonders bei Benutzung des DENTOMAT eine Verbesserung der Druckfestigkeit und des Kriechverhaltens erzielt wird. Nur das Dimensionsverhalten

ist nicht zufriedenstellend, da eine relativ starke Kontraktion besonders bei einem Stopfdruck von 14 N/mm² zu beobachten ist. Diese Ergebnisse decken sich qualitativ mit Untersuchungen anderer Autoren /36/. Auch hier sind eine Verbesserung des Druckverhaltens und eine Verkürzung der Proben gegenüber dem Standardamalgam zu registrieren.

7.3. BEURTEILUNG DES INDIUM-ZUSATZES

Die Tabelle XII zeigt die Änderung der Amalgameigenschaften bei Zusatz von Indium.

KENNWERT	MISCHER	
	DENTOMAT	SILAMAT
Druckfestigkeit 1h	+	0
Druckfestigkeit 24h	+	−
Creep	+	+
Dimensionsverhalten	−	+

SYMBOLE: + Verbesserung
− Verschlechterung
0 kein Unterschied
} gegenüber dem Standardamalgam

Tabelle XII: Einfluß des Indium-Zusatzes

Die Angaben in der Tabelle XII gelten für beide Stopfdrücke. Es ergibt sich ein ähnliches Bild wie beim Zinn: Die Amalgameigenschaften verbessern sich, abgesehen vom Dimensionsverhalten, bei Benutzung des DENTOMAT. Da das Indium bei der Herstellung der Metall-Lösung die wenigsten Schwierigkeiten machte, wäre es dem Zinn unbedingt vorzuziehen. Auch andere Autoren räumen dem Indium große Vorteile ein, besonders bezüglich der Creep-Verbesserung /20/. Interessant ist in diesem Zusammenhang eine Untersuchung von DERMANN /7/. Der Autor versetzte die Feilung zur Reduzierung des Quecksilbergehaltes mit etwa 10 % (des Quecksilberanteils) Indium. Dabei beobachtete er eine Verschlechterung des Creep-Wertes und eine starke Verminderung der Druckfestigkeit. Diese Ergebnisse stehen im Widerspruch zu den eigenen Untersuchungen. Offenbar ist es nicht gleichgültig, ob man das Metall zur Feilung oder zum Quecksilber hinzugibt.

7.4. BEURTEILUNG DES WISMUT-ZUSATZES

Die Veränderung der Amalgameigenschaften bei Zusatz von Wismut zum Quecksilber ist in Tabelle XIII aufgezeigt.

KENNWERT	MISCHER	
	DENTOMAT	SILAMAT
Druckfestigkeit 1h	+	+
Druckfestigkeit 24h	+	−
Creep	0	−
Dimensionsverhalten	$0^1/-^2$	+

SYMBOLE: • Verbesserung
- Verschlechterung
o kein Unterschied

} gegenüber dem Standardamalgam: Stopfdruck 14 N/mm², Stopfdruck 28 N/mm²

Tabelle XIII: Einfluß des Wismut-Zusatzes

Verglichen mit Zinn und Indium sind die Ergebnisse bei Zusatz von Wismut schlechter. Besonders auffällig ist der ungünstige Einfluß auf das Creep-Verhalten, was aber auch schon andere Autoren /20/ geäußert haben.

8. ZUSAMMENFASSUNG

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde der Einfluß von Metallzusätzen zum Quecksilber auf die Laboreigenschaften "Creep", "Druckfestigkeit" und "Dimensionsverhalten" eines Dentalamalgams untersucht. Anhand der Literatur wurde zunächst eine Vorauswahl der einsetzbaren Metallzusätze getroffen. Als möglicherweise geeignet wurden in der vorliegenden Untersuchung die Metalle Zink, Zinn, Wismut und Indium zu je 0,5 Gew.% dem Quecksilber hinzugefügt. Alle Metalle hatten die Eigenschaft, bei Zugabe zum Quecksilber eine Oberflächenoxidation der Metall-Lösung hervorzurufen.

In Vorversuchen wurde für jede Metall-Lösung ihre Verarbeitungsfähigkeit überprüft. Als Legierungspulver wurde "LUMICON Silberamalgam" verwendet.

Als äußere Parameter bei der Herstellung der notwendigen Probekörper wurden das Mischgerät (DENTOMAT, SILAMAT) und der Stopfdruck (14, 28 N/mm^2) variiert. Die Untersuchungen wurden entsprechend der DIN 13904 mit Ausnahme einer zusätzlichen Prüfung bei 28 N/mm^2 Kondensationsdruck durchgeführt. Zur Prüfung jeweils einer Materialeigenschaft wurden für jeden Metallzusatz und für jede Parameterkombination 8 bzw. 10 Prüfkörper angefertigt. Zum Vergleich wurden auch jeweils 10 Prüfkörper mit Hg ohne Zusatz hergestellt.

Da der Quecksilbergehalt auf die Amalgameigenschaften einen großen Einfluß besitzt, wurde in einer zusätzlichen Testreihe der Quecksilberanteil ähnlicher Probekörper bestimmt.

Die besten Ergebnisse wurden mit einem Indium-Zusatz erzielt. Besonders bei Verwendung des DENTOMAT konnte bei beiden Stopfdrücken eine Verbesserung der Druckfestigkeit und des Kriechverhaltens beobachtet werden. Dagegen verschlechterte sich das Dimensionsverhalten leicht. Das gleiche gilt für Zinn als Metallzusatz, wobei aber die Herstellung der Zinn-Lösung im Vergleich zur Herstellung der Indium-Lösung schwieriger war. Der Zink-Zusatz verbesserte zwar auch wesentlich das Kriechverhalten, jedoch zeigte sich eine Verschlechterung bei der 1h-Druckfestigkeit und dem Dimensionsverhalten. Das Wismut-Amalgam zeigte nur in Bezug auf Druckfestigkeit eine Verbesserung, während sich Kriech- und Dimensionsverhalten verschlechterten.

Insgesamt ergab Indium die vielversprechendsten Ergebnisse, so daß weitere Untersuchungen mit variierenden Indium-Anteilen im Quecksilber interessant wären.

9. LITERATURVERZEICHNIS

/1/ ABBEGG, R. (Herausgeber)
Handbuch der Anorganischen Chemie
2.Band 2.Abteilung
Hirzel, Leipzig, 1905

/2/ AMERICAN DENTAL ASSOCIATION
Guide to dental materials and devices
Chicago, 1972, S. 31; 185

/3/ BLACK, G.V.
Konservierende Zahnheilkunde
Meusser, Berlin, 1911

/4/ BONGARD, A.J.M. van den, et al.
Die chemische Analyse von Dental-Quecksilber
Unveröffentliches Manuskript
Katholische Universität, Nijmegen

/5/ BRAUER, G.
Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie
Enke, Stuttgart, 1954, S. 1390ff

/6/ COHEN, E., INOYE, K.
Die Wirkung von Amalgamen
Z. physikalische Chemie, 71, 625/35, 1910

/7/ DERMANN, K.
Is Indium a Possible Replacement for Parts of Mercury in Dental Amalgams?
IADR/CED Tagungsheft 1981
Freie Universität Berlin

/8/ DIN 13904
Legierungen zum Herstellen von Amalgam
November 1981

/9/ DIN 13905
Zahnärztliche Werkstoffe; Quecksilber, Anforderungen, Prüfung.

/10/ DOLDER, E.
Nichtedle Metalle, Silberamalgam.
in:
Handbuch für die zahnärztliche Praxis 5.Band
Urban & Schwarzenberg, München-Berlin, 1955

/11/ Gmelin Handbuch der anorganischen Chemie
(Hrsg.: Gmelin-Institut für anorg. Chemie und Grenzgebiete in der Max-Planck-Gesellschaft zur Föderung der Wissenschaften)
Verlag Chemie, Weinheim
Springer, Berlin-Heidelberg-New-York

/12/ GOUY, L.G.
Alliages de Mercure
J. phys. theor., 4, 320-321, 1895

/13/ GRAF, HENNING, STANGE
Formeln und Tabellen der mathematischen Statistik
2.Auflage
Springer, Berlin-Heidelberg-New-York, 1966

/14/ HANSEN, M.
Constitution of Binary Alloy
McGraw-Hill Book Company
New-York-Toronto-London, 1958

/15/ HAUBEIL, J.
Bemerkungen zur Technik der Amalgamfüllungen
Zahnärztliche Welt, 8, 88, 1953

/16/ HEALEY, H.J., PHILLIPS, R.W.
A Clinical Study of Amalgam Failures
J. dent. Res., 28, 439, 1949

/17/ HOLLEMANN, WIBERG
Lehrbuch der Anorganischen Chemie
81.-90.Auflage, S.832
Walter de Gruyter, Berlin-New-York, 1976

/18/ ILG, V.K.
Untersuchungen über das Dimensionsverhalten (Expansion und Kontraktion der Füllungsamalgame)
Dtsch. zahnärztl. Z., 6, 127/189, 1951

/19/ ISAACS, A.
Mercury for Dental Amalgams
J.amer.Dent.Ass. 19, 54, 1932

/20/ JANGG, G.
Private Mitteilung an Prof. Dr. Rehberg

/21/ JÖRGENSEN, K.D. et al.
Inflydelsen af porositet og koiks ol vindhold pa solvamalgams styrke
Tandloegebladet, 70, 274-288, 1966

/22/ JÖRGENSEN, K.D.
Amalgame in der Zahnheilkunde
Hanser, München-Wien, 1977

/23/ KAISER, R., GOTTSCHALK, G.
Elementare Tests zur Beurteilung von Meßdaten
Bibliographisches Institut Wissenschaftsverlag
Mannheim-Wien-Zürich, 1972

/24/ KERP, W., BÖTTGER, W., IGGENA, H.
Zur Kenntnis der Amalgame (II.Abhandlung)
Z. anorg. Chemie, 25, 35-44, 1900

/25/ KROPP, R.
Amalgame
in:
EICHNER, K.
Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung
3.Auflage
Hüthig, Heidelberg, 1974

/26/ MAHLER, D.B., EYSDEN, J.van
Dimensional Change Instrument for Amalgam
J.Dent.Res. 51, 670, 1972

/27/ McDONALD, R.E., PHILIPPS, R.W.
Clinical Observations on a Contracting Amalgam Alloy
J. dent. Res., 29, 482, 1950

/28/ OSBORN, J.W.
Influence of certain Manipulative Variables on the Static Creep of Amalgam
J. Dent. Res., 53, 1138-1144, 1974

/29/ PARKS, W.G., MORAN, W.G.
The Solubility of Indium in Mercury from 0°C to 50°
J. phys. chemistry, 41, 343-349, 1936

/30/ PLÜMER, H.
Das Creepverhalten von Amalgamen in Abhängigkeit von der Lagerungszeit
Düsseldorf: Dissertation 1977

/31/ PUSCHIN, N.A.
Über die Legierungen des Quecksilbers
Z. anorg. Chemie, 36, 201-254, 1903

/32/ REHBERG, H.J.
Persönliche Mitteilungen

/33/ REHBERG, H.J., GRAMBERG, V.
Trituration and Creep
J. of Biomedical Materials Research
13, 833-842, 1979

/34/ SIDWICK
Chemical Elements and their compounds
Volume 1
Clarendon Press, Oxford, 1950

/35/ SZAFRANIAK, G.
Der Einfluß verschiedener Herstellungs- und Meßbedingungen bei der Prüfkörperherstellung auf den Kennwert "Creep"
Düsseldorf: Dissertation 1980

/36/ TAYLOR, N.O., SUCENEY, W.T., MAHLER, D.B.
Some Mechanical Characteristics of Amalgamators
J. dent. Res., 29, 396, 1950

/37/ ULLMANN
Encyklopädie der technischen Chemie
Band 14, S.549-553
Verlag Chemie, Weinheim

/38/ VANINO, L.
Handbuch der präparativen Chemie
Band 1, S.588ff
Enke-Verlag 1923, 1943

ANHANG : Zusammenfassung der Meßwerte

Meßprogramm: 1h-Druckfestigkeit

Mischer: DENTOMAT

STOPF DRUCK	METALL ZUSATZ	PROBEKÖRPER 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	MITTEL WERT
14	-	62	60	76	69	70	62	74	68	68	68	67,7
14	Zn	64	66	56	60	60	61	62	54	60	58	60,1
14	Sn	89	92	94	96	92	96	90	92	84	82	92,6
14	In	84	86	84	88	84	94	82	85	87	92	85,0
14	Bi	97	92	82	86	89	79	90	77	82	82	85,6
28	-	116	108	120	114	120	120	120	106	122	118	120,0
28	Zn	84	74	88	84	88	80	84	88	90	88	86,8
28	Sn	128	124	132	128	142	138	142	148	146	140	136,8
28	In	132	130	120	132	118	120	120	132	120	112	123,6
28	Bi	124	116	122	116	124	120	128	120	132	122	121,3

Mischer: SILAMAT

STOPF DRUCK	METALL ZUSATZ	PROBEKÖRPER 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	MITTEL WERT
14	-	110	114	114	110	110	110	114	114	152	108	111,6
14	Sn	102	118	110	106	106	120	112	126	114	112	111,1
14	In	108	112	112	114	116	108	110	122	122	118	114,2
14	Bi	120	116	116	122	116	120	122	132	120	128	119,0
28	-	144	150	148	154	154	142	148	150	164	128	148,8
28	Sn	140	114	140	142	154	132	148	146	142	170	143,0
28	In	144	148	142	156	146	146	134	130	148	138	143,2
28	Bi	148	148	160	148	150	154	150	154	154	172	150,8

Alle Zahlenangaben in N/mm^2

Mittelwertbildung nach erfolgtem Ausreißertest.

Meßprogramm: 24h-Druckfestigkeit

Mischer: DENTOMAT

STOPF DRUCK	METALL ZUSATZ	PROBEKÖRPER 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	MITTEL WERT
14	-	328	328	332	308	320	332	316	292	320	344	325
14	Zn	320	332	340	356	328	336	360	344	344	352	341
14	Sn	376	368	352	360	352	360	360	364	332	360	360
14	In	344	352	344	348	356	328	352	360	356	356	352
14	Bi	368	352	344	332	360	376	364	348	348	360	355
28	-	360	360	365	338	352	365	347	341	352	357	354
28	Zn	352	365	374	391	360	369	376	377	377	427	371
28	Sn	413	405	407	396	389	396	396	400	365	396	398
28	In	377	387	377	382	391	360	407	396	407	391	391
28	Bi	394	387	377	365	393	413	400	381	381	380	387

Mischer: SILAMAT

STOPF DRUCK	METALL ZUSATZ	PROBEKÖRPER 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	MITTEL WERT
14	-	404	384	336	396	380	392	376	396	408	392	392
14	Sn	376	392	388	376	376	384	384	376	380	388	382
14	In	368	368	368	376	368	368	368	372	376	376	371
14	Bi	372	380	372	372	376	376	384	376	372	376	374
28	-	434	422	364	430	438	429	433	435	430	429	432
28	Sn	413	431	426	413	413	422	422	413	418	418	418
28	In	404	404	404	413	404	404	404	409	413	413	407
28	Bi	409	418	409	409	413	413	422	413	409	413	411

Alle Zahlenangaben in N/mm²

Mittelwertbildung nach erfolgtem Ausreißertest.

Meßprogramm: Creep

Mischer: DENTOMAT

STOPF DRUCK N/mm²	METALL ZUSATZ	PROBEKÖRPER 1	2	3	4	5	6	7	8	MITTEL WERT
		CREEP in %								%
14	-	1,85	2,14	2,02	2,03	2,34	2,12	2,07	1,74	2,04
14	Zn	1,37	1,49	1,21	1,20	1,13	1,38	1,58	1,54	1,36
14	Sn	1,44	1,78	1,85	2,07	1,84	1,83	1,83	1,84	1,84
14	In	1,75	1,91	1,99	1,89	1,84	2,06	1,65	1,57	1,83
14	Bi	2,67	2,60	1,91	2,19	1,91	1,96	2,14	2,06	2,18
28	-	1,12	1,29	1,43	1,06	1,36	1,77	2,21	2,41	1,58
28	Zn	1,42	1,13	1,12	1,15	1,44	1,13	1,08	1,21	1,21
28	Sn	1,49	1,25	1,33	1,49	1,35	1,51	1,64	1,72	1,47
28	In	1,49	1,56	1,52	1,31	1,49	1,49	1,78	1,51	1,50
28	Bi	1,88	1,49	1,51	1,51	1,68	1,60	1,44	1,36	1,51

Mischer: SILAMAT

STOPF DRUCK N/mm²	METALL ZUSATZ	PROBEKÖRPER 1	2	3	4	5	6	7	8	MITTEL WERT
		CREEP in %								%
14	-	2,74	2,75	3,29	3,07	2,65	2,45	2,11	1,45	2,56
14	Sn	2,25	2,82	2,64	3,49	2,39	2,69	2,87	2,86	2,65
14	In	2,85	2,22	2,44	2,03	2,21	1,94	2,86	2,29	2,35
14	Bi	3,83	3,63	3,11	2,87	3,14	3,38	2,73	3,07	3,22
28	-	1,94	1,80	2,28	2,25	2,41	1,99	1,89	1,95	2,06
28	Sn	1,89	1,90	1,86	1,80	1,80	1,74	2,08	1,90	1,84
28	In	1,60	1,44	1,60	1,81	1,77	1,62	1,67	1,42	1,62
28	Bi	2,68	2,61	2,22	2,31	2,76	2,56	2,51	2,64	2,54

Mittelwertbildung nach erfolgtem Ausreißertest.

Meßprogramm: Dimensionsverhalten

Mischer: DENTOMAT

STOPF DRUCK N/mm²	METALL ZUSATZ	PROBEKÖRPER 1	2	3	4	5	6	7	8	MITTEL WERT µm/cm
		LÄNGENÄNDERUNG in µm/cm								
14	-	-2,1	-0,9	+0,4	+0,9	+0,9	+0,3	-2,9	0,0	-0,4
14	Zn	-2,4	+1,4	+0,8	+2,4	-3,4	-2,0	+1,9	0,0	-0,2
14	Sn	-4,7	-7,2	-7,7	-6,1	-7,2	-6,8	-6,1	-7,5	-6,9
14	In	-5,8	-6,5	-3,9	-6,8	-4,7	-4,7	-0,5	-6,3	-5,5
14	Bi	-0,5	+1,5	+0,5	-0,5	-1,4	+1,4	+2,9	-0,7	+0,4
28	-	-0,3	+0,4	0,0	-1,4	+0,9	+1,3	+2,7	+3,1	+0,8
28	Zn	+1,7	-1,5	-1,9	+4,5	+0,9	-1,3	-2,3	-0,8	-0,7
28	Sn	-11,8	-5,7	-6,8	-4,2	-2,5	-4,9	-3,2	0,0	-3,9
28	In	-4,1	-3,3	-3,7	-4,1	-4,0	-4,7	-3,8	-3,6	-3,8
28	Bi	-5,2	-6,1	-4,5	-5,0	-2,4	-3,3	-2,0	-3,5	-4,0

MISCHER: SILAMAT

STOPF DRUCK N/mm²	METALL ZUSATZ	PROBEKÖRPER 1	2	3	4	5	6	7	8	MITTEL WERT µm/cm
		LÄNGENÄNDERUNG in µm/cm								
14	-	- 0,6	-12,4	- 7,4	-11,8	-13,0	-12,8	-11,0	-14,9	-12,7
14	Sn	-12,9	- 9,7	-11,7	- 7,1	-10,8	- 4,7	-10,8	-13,1	-11,5
14	In	-11,3	-11,3	-14,4	- 8,7	-10,9	- 6,7	- 8,5	- 9,8	- 9,6
14	Bi	- 9,5	-10,9	- 9,5	-14,3	-12,9	- 8,4	- 7,9	- 7,2	-10,1
28	-	-16,7	-12,2	-11,9	-13,8	-12,1	-11,3	-10,3	-10,8	-11,4
28	Sn	-12,0	- 8,4	-10,8	-10,8	-12,8	-13,0	- 9,0	- 9,8	-10,8
28	In	-11,9	- 9,9	- 3,6	- 5,3	- 7,2	- 4,0	- 5,8	- 7,2	- 6,9
28	Bi	-14,4	- 6,3	- 6,7	- 5,9	- 9,4	- 8,1	- 8,9	-12,0	- 7,6

Mittelwertbildung nach erfolgtem Ausreißertest.

Meßprogramm: Quecksilberverlust

Mischer: DENTOMAT

STOPF DRUCK N/mm²	METALL ZUSATZ	PROBEKÖRPER 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	MITTEL WERT %
		QUECKSILBERVERLUST in %										
14	-	18,9	18,0	17,4	9,0	14,4	15,6	15,3	16,5	18,3	14,6	16,6
14	Zn	21,8	10,9	24,2	17,1	25,5	24,4	15,0	17,6	18,8	14,3	19,0
14	Sn	28,1	32,3	29,8	37,3	27,2	31,9	29,1	28,1	30,8	24,4	29,7
14	In	30,0	27,6	32,3	30,4	28,3	29,3	30,8	29,1	26,9	28,7	29,0
14	Bi	28,7	28,7	26,8	29,1	32,9	29,3	29,1	29,8	22,5	29,1	29,0
28	-	25,2	37,5	35,7	36,3	34,8	35,9	34,2	41,7	42,0	35,9	37,1
28	Zn	35,5	36,7	30,3	35,3	38,5	34,4	35,3	36,7	38,9	38,4	36,6
28	Sn	44,2	35,2	40,6	40,6	41,4	39,5	41,0	37,6	41,0	46,4	40,9
28	In	48,3	40,2	43,9	41,5	36,1	44,9	39,5	39,3	39,3	38,5	40,4
28	Bi	42,7	47,6	41,9	48,1	38,7	42,1	45,3	44,4	38,4	41,5	43,1

MISCHER: SILAMAT

STOPF DRUCK N/mm²	METALL ZUSATZ	PROBEKÖRPER 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	MITTEL WERT %
		QUECKSILBERVERLUST in %										
14	-	26,1	24,9	24,8	24,3	23,1	24,6	23,0	23,0	22,5	23,8	23,8
14	Sn	30,6	32,9	29,3	27,8	32,0	24,6	30,1	27,2	28,9	25,0	28,8
14	In	33,7	29,0	26,7	30,5	30,0	36,5	31,6	31,0	29,3	27,8	29,5
14	Bi	27,3	20,1	30,5	25,0	30,0	29,7	20,9	26,1	25,8	31,4	26,7
28	-	40,2	38,6	37,5	37,4	37,5	36,3	36,3	37,1	36,0	36,0	36,8
28	Sn	41,2	39,9	43,1	30,8	44,6	35,9	33,7	45,9	41,7	41,0	42,5
28	In	48,3	42,1	45,3	42,1	47,9	46,8	37,8	44,7	37,8	42,9	43,6
28	Bi	46,1	41,2	46,1	34,6	46,1	40,0	46,1	35,9	42,3	33,8	41,2

Mittelwertbildung nach erfolgtem Ausreißertest.

DANKSAGUNG

Für die Überlassung der interessanten Aufgabenstellung und seine hilfreiche Betreuung bei der Ausführung der Arbeit bin ich Herrn Prof. Dr. H.J. Rehberg zu großem Dank verpflichtet.

Herrn Dr. Gramberg danke ich für die Bereitstellung eines Arbeitsplatzes in der Abteilung für Materialprüfung der BAYER AG Leverkusen, sowie Herrn Drewitz für seine Hilfe bei der technischen Durchführung der Experimente.

LEBENSLAUF

Am 9.Juli 1957 wurde ich als erste Tochter des Außenhandelskaufmanns Karl Heinz Pohl und seiner Frau Hildegard, geb. Röser, in Johannesburg (Südafrika) geboren. Im Jahre 1958 kehrten wir nach Deutschland zurück.

Meine Einschulung in die Städtische Gemeinschaftsschule Düsseldorf Jahnstraße erfolgte Ostern 1964. Nach mehreren Schulwechseln, bedingt durch Umzug, wurde ich 1967 in das Albert-Einstein-Gymnasium Kaarst aufgenommen. Im Juni 1976 verließ ich diese Schule mit dem Reifezeugnis.

Nach einem zweisemestrigen Pharmaziestudium nahm ich im WS 77/78 das Studium der Zahnheilkunde in Düsseldorf auf. Dort bestand ich auch die zahnärztliche Vorprüfung am 22.2.1980.

Im Oktober 1980 überließ mir Prof. Dr. H.J. Rehberg die Aufgabenstellung der vorliegenden Dissertation.

Druck und Verarbeitung: copy shop, darmstadt, tel. 21353